

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**  
( Н И У « Б е л Г У » )

**ЮРИДИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ**

**КАФЕДРА СУДЕБНОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ И КРИМИНАЛИСТИКИ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПЛЕКСА ОРГАНИЧЕСКИХ  
КИСЛОТ ПРИ ЭКСПЕРТНОМ ИССЛЕДОВАНИИ СОКОВ И ВИН**

Выпускная квалификационная работа  
обучающегося по специальности 40.05.03 Судебная экспертиза  
очной формы обучения, группы 01001308  
Гоголя Алексея Юрьевича

Научный руководитель:  
Доцент кафедры  
судебной экспертизы и  
криминалистики  
Юридического института  
НИУ «БелГУ», к.т.н. Мамин С.Н.

Рецензент:  
Главный эксперт  
экспертно-криминалистического  
центра УМВД России  
по Белгородской области Даценко Г.А.

БЕЛГОРОД 2018

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ГЛАВА I. ИССЛЕДОВАНИЕ СОКОВ И ВИН, КАК ВИД СУДЕБНОЙ ПИЩЕВОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ .....	6
1.1. Понятие, цели и задачи пищевой экспертизы напитков.....	6
1.2. Общая характеристика соков и вин.....	13
1.2.1. Классификация, технология производства и свойства соков .....	13
1.2.2. Классификация, технология производства и свойства вин .....	23
1.3. Фальсификация соков и вин, способы её выявления .....	30
ГЛАВА II. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПЛЕКСА ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ В СОКАХ И ВИНАХ .....	37
2.1. Газовая хроматография.....	37
2.2. Тонкослойная хроматография.....	39
2.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография .....	45
2.4. Перспективные физико-химические методы анализа.....	48
ГЛАВА III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ В НЕКОТОРЫХ ОБРАЗЦАХ СОКОВ И ВИН МЕТОДОМ ВЭЖХ .....	52
3.1. Описание объектов исследования .....	52
3.2. Исследования образцов соков и столовых вин методом ВЭЖХ .....	61
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	73
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ .....	77
ПРИЛОЖЕНИЕ .....	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность темы исследования.** Во всём мире наблюдается устойчивая тенденция увеличения объёмов производства и потребления алкогольных и безалкогольных напитков<sup>1</sup>. При этом обеспечение населения качественными продуктами питания является одной из актуальных задач любого государства. Соки и вина, как наиболее популярные безалкогольные и алкогольные напитки, фальсифицируют чаще всего. При расследовании таких преступлений результаты экспертного исследования имеют важное доказательственное значение для установления умышленного изменения качества соковой и винной продукции. Поэтому немаловажное значение приобретают вопросы регламентирования показателей пищевой ценности и безопасности напитков, знание которых необходимо как специалисту, так и простому потребителю.

В соответствии с законом № 29–ФЗ «О качестве и безопасности пищевых продуктов» в обороте могут находиться пищевые продукты, материалы и изделия, соответствующие требованиям нормативных документов. Не могут находиться в обороте пищевые продукты, которые имеют явные признаки недоброкачества, не вызывающие сомнений у представителей органов, осуществляющих государственный надзор и контроль в области обеспечения качества и безопасности пищевых продуктов<sup>2</sup>.

Одним из основных показателей натуральности и качества соков и вин является наличие в их составе определенных органических кислот, для определения содержания которых применяются различные хроматографические методы анализа. К наиболее распространённым

---

<sup>1</sup> Маркетинговые исследования. Анализ рынка соков и нектаров в России в 2010-2015 гг. прогноз на 2016-2020 гг. // *Busines Stat.* 2014. - С. 110-126.

<sup>2</sup> Федеральный закон «О качестве и безопасности пищевых продуктов» от 02.01.2000 N 29-ФЗ (с изм. от 27.10.2008 N 178-ФЗ, от 22.12.2008 N 268-ФЗ, от 31.12.2014 N 493-ФЗ) – М.: Стандартинформ. 2016. – С. 5.

методам относятся газовая и тонкослойная хроматография, однако они требуют либо сложной пробоподготовки, либо позволяют определить только качественный состав органических кислот. Наиболее перспективным методом при оценке содержания органических кислот в соках и винах является высокоэффективная жидкостная хроматография.

Все вышесказанное определяет важность, актуальность, теоретическую и практическую значимость выбранной темы исследования.

**Объектами** исследования являются отдельные образцы соковой и винной продукции, реализуемые в торговой сети г. Белгород.

**Степень разработанности темы дипломной работы.** Весомый вклад в разработку и развитие методики проведения экспертизы соков и вин был внесен такими учеными как Галицын Л.С., Бельцова Т.Ф., Востров И.А., Охременко С.Ф., Рудаков О.Б., Савицкий А.Н., Сафонова И.И., Сливкин А.И., Тринеев О.В., Ховренко М.А. и ряд других авторов.

**Предметом** исследования является фактические данные, используемые при исследовании соковой и винной продукции с целью установления факта и способа фальсификации.

**Целью работы** является установление возможности использования методики определения органических кислот в соковой продукции по ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии» при экспертном исследовании вин.

Достижение поставленной цели исследования обеспечивается решением следующих задач:

1. Изучить общую характеристику, классификацию, показатели качества и способы фальсификации соковой и винной продукции.
2. Рассмотреть методы определения комплекса органических кислот в соках и винах.

3. Освоить методику определения органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии в соковой продукции.

4. Исследовать некоторые образцы столовых вин, используя методику ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии».

Нормативно правовую базу данной работы составили Конституция Российской Федерации, уголовно–процессуальный кодекс РФ, федеральные законы и другие нормативные акты, регулирующие деятельность экспертных подразделений. «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей» от 27 октября 2008 года № 178–ФЗ; Указ Президента РФ от 30 января 2010 № 120 «Об утверждении Доктрины продовольственной безопасности Российской Федерации»; ГОСТ Р 32103–2013 «Консервы. Продукция соковая. Соки фруктовые и фруктово–овощные восстановленные. Общие технические условия»; ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии», ГОСТ 32030–2013 «Вина столовые и виноматериалы столовые. Общие технические условия», Федеральный закон № 29 «О качестве и безопасности пищевых продуктов» от 2 января 2000 г.

Теоретико–методические основы дипломной работы включают в себя ряд методов, начиная от диалектико–материалистических, таких как сравнение, анализ, обобщение, которые были использованы при анализировании информации и формировании выводов, а также общепознавательных методов, а именно наблюдение, описание, сравнение.

Структурно дипломная работа состоит из введения, трёх глав, заключения и библиографического списка.

# ГЛАВА I. ИССЛЕДОВАНИЕ СОКОВ И ВИН, КАК ВИД СУДЕБНОЙ ПИЩЕВОЙ ЭКСПЕРТИЗЫ

## 1.1. Понятие, цели и задачи пищевой экспертизы напитков

Экономическое развитие любой страны существенным образом расширяет сферу применения экспертиз в разных областях административной, хозяйственной и финансовой деятельности. Понятие судебной экспертизы можно сформулировать следующим образом: исследование, проводимое лицом, сведущим в науке, технике, искусстве или ремесле, привлечённым по поручению заинтересованных лиц, в целях получения ответа на вопросы, требующие специальных познаний.

Экспертиза производится по вопросам, возникающим в правоотношениях между субъектами права, с целью разрешения спорных ситуаций, установления фактических данных. Экспертиза проводится специально привлекаемым лицом – экспертом, то есть лицом, обладающим специальными знаниями и привлекаемым следственными органами, судом, арбитражным судом, третейским судом для проведения экспертизы и дачи мотивированного заключения, в котором он описывает ход исследования и дает ответы на поставленные перед ним вопросы. Полученное заключение является доказательством, свидетельствующим о наличии или отсутствии фактических данных по разрешаемому вопросу. Сроки, в которые эксперт должен составить заключение, устанавливаются судом и содержатся в определении о назначении экспертизы<sup>1</sup>.

---

<sup>1</sup> Федеральный закон N 73-ФЗ «О государственной судебно-экспертной деятельности в Российской Федерации» от 31 мая 2001 г. – М.: ФГУП Стандартинформ. 2018. – С. 4-7.

Судебная экспертиза пищевых продуктов – это исследование биологических и потребительских свойств продуктов. Общей целью этого класса судебных экспертиз является установление состава исследуемых мясных, молочных, овощных и других продуктов и напитков, их соответствие стандартам, техническим условиям, рецептуре, определение технологии и времени изготовления, способов фальсификации пищевых продуктов, концентрации в них химических вредных веществ. Объектами экспертизы пищевых продуктов являются продукты питания, сырье, полуфабрикаты.

При исследовании пищевых продуктов применяются современные инструментальные методы, которые обеспечивают получение достаточно полной информации по поставленным вопросам и часто сокращают время проведения экспертизы. Под методами понимается набор теорий и измерений, с помощью которых эксперт может составить обоснованные ответы на поставленные вопросы. Методы экспертиз являются подвижными и постоянно совершенствуются. Среди общих методов можно выделить: сравнительный, инструментальный и экспериментальный<sup>1</sup>.

На протяжении всей своей жизни человек так или иначе сталкивается с огромным ассортиментом алкогольных и безалкогольных напитков. Сейчас кажется необычным, что слово «напиток», обозначающее все то, что мы пьем, начало активно употребляться в русском языке не так давно – около 100 лет тому назад. И действительно, напитки – это большая и разнообразная группа пищевых изделий. Они могут употребляться в зависимости от их характера. Вот почему еще в поваренных книгах середины и конца XIX века напитки не имели общего термина и встречались в совершенно разных разделах: кофе, какао, шоколад, чай – в одном; наливки и настойки, как спиртовые, так и водные, – в другом; квасы, пиво, вина, объединяемые

---

<sup>1</sup> Саришвили, Г. Сборник основных правил, технологических инструкций и нормативных материалов по производству безалкогольной продукции / Под ред. академика РАСХНН. Г. Саришвили. – М.: Пищепромиздат, 2000. - С.35.

принципом брожения, – в третьем, то есть их разделяли принципы приготовления. В последующем напитки стали делить по характеру сырья – на крепкие спиртные, на легкие спиртные (слабоалкогольные), молочные и т.п. Подобное деление еще сохраняется в современных меню, но существует тенденция деления напитков по принципу их основного состава и оказываемого им действия, то есть разделить на две основные группы – опьяняющие, или алкогольные, и жаждоутоляющие, или безалкогольные<sup>1</sup>.

Испокон веков в русском языке алкогольные напитки назывались «питиями», поэтому под выражениями «он пьет» и «он выпил» мы подразумеваем употребление алкогольного напитка или пьянство. Слово «напиток», применяемое первоначально только к безалкогольным жидкостям, произошло не от слова «пить», а от слова «напитать», то есть насытить, накормить.

В России напитками изначально называли только заморские питающие жидкости – кофе, какао, шоколад, чай, которые стали входить в употребление в конце XVIII – начале XIX века. Для остальных напитков, и не алкогольных, и не подкрепляющих, долгое время не могли найти подходящего термина. Теперь же мы называем их жаждоутоляющими или прохладительными напитками, а еще в 30–60-е годы XIX века одни называли их «напоями», другие – «пивом», «пойвом», а третьи даже «пойлом». Однако такая терминология долго не удержалась и для собирательного обозначения различного рода питья стало применяться новое книжное слово – «напитки».

Современный словарь определяет напитком всякую специально приготовленную жидкость, предназначенную для питья. Все напитки можно разделить на алкогольные и безалкогольные.

Алкогольные напитки (спиртные напитки) – это напитки, содержащие не менее 1,5 % этилового спирта, полученного из пищевого,

---

<sup>1</sup> Яшнова, П. М. Развитие производства и потребление напитков в зарубежных странах / П. М. Яшнова, Ю. В. Нефедова, А. Б. Яшнова // Хранение и переработка сельхозсырья, № 3, 1996. С. 10.



углеводсодержащего сырья. Термин «алкоголь» имеет арабское происхождение «al-kohl», что в буквальном смысле означает «тонкий порошок»<sup>1</sup>. Существует множество разновидностей спиртных напитков, большинство из которых получают брожением. Помимо непосредственного употребления алкогольные напитки также применяются для приготовления коктейлей или пищи, например, в маринадах, рагу и других блюдах.

Безалкогольный напиток – напиток, не содержащий алкоголя. Безалкогольные напитки зачастую газифицируются и обычно потребляются холодными. Наиболее часто употребляемые безалкогольные напитки – это чай, кофе, соки и нектары, газированная вода, лимонад<sup>2</sup>. Квас также считается безалкогольным напитком, хотя и содержит до 1,2 % этилового спирта<sup>3</sup>.

Пищевая экспертиза напитков – это исследование, проводимое лицами, обладающими специальными знаниями и навыками, с целью установления состава и технологии изготовления исследуемых жидкостей, необходимое для установления фактических данных о событии преступления<sup>4</sup>.

Предметом данного рода экспертиз является установление фактических данных об обстоятельствах совершения преступления на основе специальных знаний в области судебной экспертизы, химии и технологии изготовления напитков и методов их исследования. К объектам экспертизы спиртосодержащих жидкостей относятся:

---

<sup>1</sup> Елизарова, Л. Г. Алкогольные напитки/Л. Г. Елизарова, М. А. Николаева. – М.: Экономика, 1997. – 174 с. Заздравная чаша: Справоч.-энциклопед. изд-е. – М.: Евразия+, 1996. – С. 21.

<sup>2</sup> Рудольф, В.В. Производство безалкогольных напитков / В.В. Рудольф, П.М. Яшкова, А.В. Орешко. – М.: Профессия. Санкт-Петербург, 2000. – С. 8.

<sup>3</sup> Помозова, В.А. Производство кваса и безалкогольных напитков. – М.: Легкая и пищевая пром-сть, 2006. – С. 19.

<sup>4</sup> Поздняковский В.М., Помозова В.А. Экспертиза напитков. Качество и безопасность/ В.М. Поздняковский, В.А. Помозова – Новосибирск: Сиб. унив, 2007 – С. 5.

1. Определенные объемы различных видов напитков промышленного изготовления, жидкости технического назначения, в том числе смесей с жидкостями иной природы, а также напитков домашнего производства;
2. Следы жидкостей различного целевого назначения, распределенных в массе или находящихся на поверхности различных предметов–носителей;
3. Различные конструкции, используемые для выработки напитков кустарным способом<sup>1</sup>.

Фиксация объемов неустановленных жидкостей связана с необходимостью их герметичной упаковкой (если процесс брожения закончен) для предотвращения испарения легко летучих компонентов и хранения в холодильнике для замедления процессов окисления, брожения и других факторов.

Изъятие объектов экспертизы напитков должно соответствовать следующим требованиям:

1. Жидкости, содержащиеся в емкости, лучше представлять на исследование вместе с емкостями. Если это невозможно, то берут пробы из нижней, средней и верхней части объема или среднюю пробу, предварительно перемешав жидкость;
2. Следы жидкостей на предметах–носителях изымают вместе с предметом–носителем;
3. Капли жидкостей с гидрофобных поверхностей собирают с помощью капилляров в герметичные емкости<sup>2</sup>.

Предварительное исследование напитков проводится в целях установления способа изготовления жидкости и отнесения ее к определенному виду и состоит в следующем: визуальный осмотр,

---

<sup>1</sup> Пехтева Н.Т. Экспертиза алкогольных напитков / Н.Т. Пехтева – Белгород: Кооперативное образование, 2007. – С.12 .

<sup>2</sup> Вандер, М.Б. Криминалистическая экспертиза материалов, веществ, изделий / М.Б. Вандер. - СПб.: Питер, 2001. – С. 28.

органолептическое исследование, качественный анализ (содержания спирта, сахара, органических кислот и других основных компонентов).

Пищевая экспертиза напитков назначается в большинстве случаев при расследовании дел, связанных с незаконным предпринимательством, обманом потребителей и выпуском или продажей товаров, не отвечающим требованиям безопасности, умышленным причинением вреда здоровью различной степени тяжести.

Целью экспертного исследования соков и вин является установление соответствия сока и вина конкретной марки требованиям ГОСТ, а также выявление фальсифицированной продукции и способа ее фальсификации экспертными и экспертно–криминалистическими методами. Типовые задачи, решаемые в судебном экспертном исследовании соков и вин, связаны с установлением принадлежности жидкости, поступившей на исследование к определенному виду, типу; способа изготовления; вида сырья, использованного для ее изготовления.

Существующие типовые задачи подразделяются на диагностические и идентификационные. К диагностическим задачам относятся:

1. Отнесение исследуемого сока (вина), поступившего на исследование, к конкретному виду заводского изготовления;
2. Установление способа изготовления;
3. Установление вида сырья, использованного при изготовлении сока или вина, представленного на исследование;
4. Установление соответствия сока и вина конкретной марки требованиям ГОСТ или иным требованиям;

К идентификационным задачам относятся следующие:

1. Установление общей родовой принадлежности сравниваемых соков или вин, либо единой марке;

2. Установление общей групповой принадлежности сравниваемых соков или вин по признакам, связанным с их изготовлением, хранением<sup>1</sup>.

Исследование и вывода эксперта будут полными и точными, если соблюдаются способствующие выполнению исследования условия: точная информация об обстоятельствах дела, правильно сформулированные вопросы, достаточное количество материала для исследования, верный выбор и совершенство методики экспертного исследования.

Целесообразно привести основной перечень вопросов, которые могут быть поставлены на разрешение экспертизы. Как правило они следуют за основным вопросом о соответствии жидкости требованиям нормативно-технической документации (ГОСТ, ТУ) и из них можно выделить следующие:

1. Является ли представленная на исследование жидкость вином (соком)?
2. Относятся ли представленные на исследование жидкости (следы) к одному виду, марке напитка?
3. Каков способ изготовления (кустарный или заводской) вина (сока), представленного на исследование?
4. Соответствует ли данный напиток требованиям стандарта по полноте налива, содержанию спирта, сахара, кислотности? Соответствует ли содержимое емкости наименованию, указанному на этикетке?
5. Соответствует ли содержимое бутылки вина (сока), представленного на исследование марке, указанной на этикетке?
6. Из какого сырья изготовлено вино (сок), представленное(ый) на исследование?
7. Имеют ли представленные на исследование тары с вином (соком) единый источник происхождения по технологии производства?

---

<sup>1</sup> Поздняковский В.М., Помозова В.А. Экспертиза напитков. Качество и безопасность / В.М. Поздняковский, В.А. Помозова – Новосибирск: Сиб.унив, 2007 – С. 47.

8. Содержит ли представленная на исследование жидкость органические кислоты (щавелевая, винная, лимонная, яблочная, янтарная кислоты)?

9. Каков способ укупорки, оклейки бутылки с вином, представленным на исследование?

10. Является ли проба товара, представленная на исследование, концентратом сока или соком?

11. Соответствуют ли данные пробы напитков контрольным образцам?

12. Не разбавлено ли вино (сок) водой или иной жидкостью и в каком соотношении?

13. Изготовлено ли вино (сок) в заводских или кустарных условиях?

14. Является ли данная жидкость спиртным напитком домашнего изготовления (самогоном, брагой)? Какова его крепость, из каких продуктов изготовлен этот напиток?

## **1.2. Общая характеристика соков и вин**

### **1.2.1. Классификация, технология производства и свойства соков**

Открытие в 60–х годах прошлого столетия Луи Пастером возможности уничтожения микроорганизмов, вызывающих брожения, при помощи повышения температур дало толчок развитию производства плодово–ягодных соков. Производство соков начало интенсивно развиваться после Второй мировой войны во всех европейских странах и в настоящее время занимает значительное место в мировой экономике. С разработкой современных методов щадящего концентрирования соков стало возможным получать концентрированные соки со стабильными химическими и биологическими характеристиками, выгодно транспортировать их на

большие расстояния, хранить длительное время без значительного ухудшения качества, добавлять к сокам отогнанные ароматические вещества в виде дистиллятов и удаленную из них воду для восстановления до полностью натурального сока непосредственно перед сбытом<sup>1</sup>.

В Российской Федерации ассортимент соков представлен как отечественными, так и иностранными производителями. Они предоставляют различные виды соковой продукции, в том числе популярные плодово-ягодные соки, которые используют в качестве напитков, а также для производства сиропов, безалкогольных газированных напитков и ликеров.

В промышленности фруктовые соки получают несколькими путями (диффузия, центрифугирование, отжим плодов или ягод) и по качеству все виды плодово-ягодных соков (за исключением соков с мякотью) делят на: марочный, высший и 1-ого сорта. Техника концентрирования соков, гарантирующая сохранение большинства питательных, биологически активных и красящих веществ в сочетании с улавливанием и возвратом летучих ароматических веществ, способствует получению продуктов, мало отличающиеся от натуральных соков<sup>2</sup>.

Основной источник, содержащий определение по классификации соков, является «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей», согласно которому: «Соком именуется жидкий пищевой продукт, полученный из съедобных частей качественных, спелых, свежих либо сохраненных свежими плодов, посредством физического воздействия и, который согласно с особенностями способа получения соков из соответствующих фруктов (овощей), оставлены характерные для них пищевая ценность, органолептические и физико-химические свойства. В

---

<sup>1</sup> Барсукова, С.Ю. Рынок соков: прошлое, настоящее, будущее / С.Ю. Барсукова // ЭКО, 2012. - №12. - С. 108.

<sup>2</sup> Киселева, Т.Ф. Исследование структуры рынка соков, нектаров и сокосодержащих напитков в РФ / Т.Ф. Киселева, А.А. Маслов // Практический маркетинг, 2012. - №12. - С. 33

соках возможно нахождение добавленных натуральных концентрированных ароматобразующих фруктовых веществ, фруктовой или овощной мякоти, фруктового (овощного) пюре, клеток цитрусовых, которые были произведены из одноименных фруктов посредством физического воздействия. Смешанный сок производят посредством смешивания двух и более различных соков, либо из соков и фруктовых или овощных пюре»<sup>1</sup>.

На данный момент существует несколько видов соков: натуральные, концентрированные, купажированные, для детского питания, для диетического питания, соки с сахаром, с мякотью (нектары), соки цитрусовых (поливитаминные).

Натуральные – соки, вырабатываемые из одного вида спелых фруктов без включения других компонентов. В свою очередь натуральные соки различаются специалистами на осветленные (прозрачные) и неосветленные (мутные) высшего и первого сортов. Подобное деление натуральных соков следует из того факта, что содержание витаминов и минеральных компонентов в них одинаково, но в соках с мякотью содержится больше количество балластных веществ – клетчатка и целлюлоза.

Концентрированные – это соки, из которых частично удалена влага физическим способом.

Купажированные – соки, вырабатываемые путем добавления к основному соку до 33% сока другого вида, их вырабатывают с сахаром, без сахара, а также с мякотью и сахаром.

Для детского питания – соки, получаемые из высококачественного плодово-ягодного сырья, которые вырабатывают только высшим сортом. Они должны быть натуральными, купажированными, с сахаром, с мякотью и только высшего сорта. Рекомендуется для питания детей от 6 месяцев.

---

<sup>1</sup> Федеральный закон от 27 октября 2008 г. N 178-ФЗ «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей». – М.: ФГУП Стандартинформ. 2016. – С. 7.

Для диетического питания – соки, вырабатываемые из плодов и ягод с низким содержанием сахарозы.

Соки с сахаром – соки, вырабатываемые из плодов с повышенной кислотностью.

Соки с мякотью (нектары) получают из протертой и гомогенизированной мякоти фруктов с добавлением сахарного сиропа (от 15 до 50 %) или без него.

Соки цитрусовых (поливитаминные) – мандариновый, апельсиновый, грейпфрутовый соки – содержат витамины С, Р, В<sub>1</sub> и каротиноиды<sup>1</sup>.

Качество соков оценивают по органолептическим, физико–химическим показателям и по показателям безопасности, которые должны соответствовать требованиям ГОСТ. Так для сока, изготовленного из цитрусов эти требования изложены в ГОСТ 18193–72 «Соки из цитрусовых плодов. Технические условия»<sup>2</sup>. Что касается требований к безопасности, то они регламентируются статьей 5 Технического регламента на соковую продукцию из фруктов и овощей, согласно которой: «в соках и соковой продукции не допускается наличие патогенных микроорганизмов и возбудителей паразитарных заболеваний, их токсинов, представляющих опасность для здоровья человека. А критериями безопасности консервированной соковой продукции является отсутствие в консервированном продукте спорообразующих термофильных анаэробных, аэробных и факультативно–анаэробных микроорганизмов, развивающихся при температуре хранения не превышающую 25°С».

В зависимости от способов обработки и производства различают соки следующих видов:

---

<sup>1</sup> Самсонова, А.Н. Фруктовые и овощные соки / А.Н. Самсонова, В.Б. Ушева. – М: Пищевая промышленность, 2012. – С. 38.

<sup>2</sup> ГОСТ 18193–72 «Соки из цитрусовых плодов. Технические условия». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2017. – С. 3.



1. Прямого отжима – приготовлен с использованием свежих или сохраненных свежими фруктов посредством механической обработки;

2. Свежеотжатый – сок прямого отжима, который приготовлен с использованием свежих либо сохраненных свежими фруктов с непосредственным присутствием потребителей и не подвергшийся консервированию;

3. Восстановленный – приготовлен с использованием концентрированного и сока прямого отжима, питьевой воды;

4. Концентрированный – приготовлен путем физического изъятие из сока прямого отжима части воды для увеличения содержания растворимых сухих веществ не менее чем в два раза по отношению к исходному соку.

5. Диффузионный – произведен путем извлечения экстрактивных веществ из свежих фруктов (овощей) с помощью питьевой воды либо высушенных фруктов (овощей) одного вида, получение соков которых невозможно посредством механической обработки. Диффузионный сок может подвергнут дополнительному концентрированию, с последующим его восстановлением.

При производстве концентрированного сока применяются такие современные способы концентрирования, как криоконцентрация (вымораживание) и обратный осмос (ультрафильтрация и нанофильтрация)<sup>1</sup>. Применение этих способов позволяет сохранить почти все биологически активные, красящие, питательные и ароматические вещества. Также применяется процесс экстракции сухих веществ из измельченных фруктов той партии, из которой предварительно отделен сок с использованием питьевой воды при необходимом условии – добавление продукта экстракции в исходный сок и только перед этапом концентрирования внутри поточного

---

<sup>1</sup> Шобингер, У. Фруктовые и овощные соки: научные основы и технологии / У. Шобингер – СПб: Профессия, 2004. – С. 98.

технологического процесса. Возможно добавление концентрированных натуральных ароматобразующих веществ.

Осуществление консервирования сока возможно только с применением физических способов, за исключением обработкой ионизирующим излучением. В зависимости от способа консервирования соки изготавливают стерилизованными или пастеризованными<sup>1</sup>. Дополнительно соки делятся на группы:

1. Фруктовые соки (абрикосовый, апельсиновый, виноградный, гранатовый, сливовый, яблочный).
2. Ягодные соки (сок крыжовника, сок черной смородины).
3. Овощные соки (томатный, морковный, тыквенный, капустный, свекольный).
4. Соки деревьев (березовый, кленовый)<sup>2</sup>.

Соки, консервированные сернистым ангидридом, бензойнокислым натрием или спиртом, в торговую сеть не поступают, а используются для промышленной переработки на вино, сиропы или желе.

Таким образом, основные ассортиментные группы соков разделяют на основании процентного содержания сока, технологии приготовления, наличия дополнительных компонентов. А отдельные виды соков определяют на основании используемого сырья, присутствия добавок (с сахаром, без сахара), технологии (осветленный, неосветленный). Как можно заметить, ассортимент современных соков весьма обширен, вследствие чего каждому потребителю предоставлен выбор предпочтительного для него вида сока.

Опираясь на концепцию о сбалансированном питании – достижение нормальной жизнедеятельности возможно при условии, что человек

---

<sup>1</sup> Саришвили, Г. Сборник основных правил, технологических инструкций и нормативных материалов по производству безалкогольной продукции / Под ред. академика РАСХНН. Г. Саришвили. – М.: Пищепромиздат, 2000. – С. 27.

<sup>2</sup> Самсонова, А.Н. Фруктовые и овощные соки / А.Н. Самсонова, В.Б. Ушева. – М.: Пищевая промышленность, 2012. – С. 19.

потребляет сбалансированное количество различных химических веществ. Пищевые кислоты в составе продовольственного сырья и продуктов выполняют различные функции, связанные с качеством пищевых объектов. В составе комплекса вкусоароматических веществ они участвуют в формировании вкуса и аромата, принадлежащих к числу основных показателей качества пищевого продукта. Именно вкус, наряду с запахом и внешним видом оказывает существенное влияние на выбор того или иного продукта по сравнению с такими показателями, как состав и пищевая ценность. Изменения вкуса и аромата часто оказываются признаками начинающейся порчи пищевого продукта или наличия в составе посторонних веществ.

Главным вкусовым ощущением, которое вызывается присутствием кислот в составе продукта является кислый вкус, который в общем случае пропорционален концентрации ионов  $H^+$  (с учетом различий в активности веществ, вызывающих одинаковое вкусовое восприятие). Например, пороговая концентрация, позволяющая человеку ощутить кислый вкус, составляет для лимонной кислоты – 0,017 %, для уксусной – 0,03 %<sup>1</sup>.

На восприятие кислого вкуса оказывает влияние и анион молекулы органической кислоты. В зависимости от природы последнего могут возникать комбинированные вкусовые ощущения, например, лимонная кислота имеет кисло – сладкий вкус, а пикриновая – кисло–горький. Изменение вкусовых ощущений происходит и в присутствии солей органических кислот.

Наличие в составе продукта нескольких органических кислот в сочетании с органическими веществами других классов, содержащимися в соках, обуславливают формирование оригинальных вкусовых ощущений,

---

<sup>1</sup> Анисимович, И.П. Определение кислотности некоторых плодов, соков и прохладительных напитков / И.П. Анисимович, Р. Отман, Л.А. Дейнека, В.И. Дейнека, Л.В. Волощенко // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия: Естественные науки, 2011. - Выпуск № 9-2 (104). - Т.15. - С. 250-256

часто присущих исключительно одному, конкретному виду пищевых продуктов. Влияние органических кислот в образовании аромата в различных продуктах неодинаково. В состав ароматобразующего комплекса кисломолочных продуктов входят молочная, лимонная, уксусная, пропионовая и муравьиная кислоты<sup>1</sup>.

Наличие органических кислот в продуктах питания может являться следствием преднамеренного введения кислот в пищевую систему в ходе технологического процесса для регулирования ее кислотности. В подобном случае кислоты используются в качестве технологических пищевых добавок.

Можно выделить три основные цели добавления кислот:

1. Придание определенных органолептических свойств (вкуса, цвета, аромата), характерных для конкретного продукта;
2. Влияние на коллоидные свойства, обуславливающие формирование консистенции, присущей конкретному продукту;
3. Повышение стабильности, обеспечивающей сохранение качества продукта в течение определенного времени.

В таблице 1.1 показано содержание органических кислот в некоторых соках<sup>2</sup>.

Пользуясь таблицей, можно оценить соотношение преобладающих кислот (++++) и кислот, присутствующих в меньших (++, +) или следовых количествах, характеризующих видовые особенности соков. Из таблицы видно, что основными и преобладающими кислотами в соках являются яблочная и лимонная.

---

<sup>1</sup> Сарафанова, Л.А. Посторонние вещества и пищевые добавки в продуктах. 6-е изд., исп. и доп. – М.: Санкт–Петербург, ГИОРД, 2005. – С. 29.

<sup>2</sup> Фролов–Багреев А.М. Химия вина. – М: Пищевая промышленность. 2002. С. 66.

Содержание органических кислот в соках

№ п/п	Наименование сока	Наименование органической кислоты				
		Щавелевая	Лимонная	Винная	Яблочная	Янтарная
1	Апельсиновый	–	+++	–	–	–
2	Абрикосовый	–	+++	+	+++	–
3	Виноградный	–	следы	+++	++	+
4	Вишневый	следы	–	++	+++	–
5	Гранатовый	следы	+++	+	следы	–
6	Персиковый	–	+++	+	+++	следы
7	Яблочный	–	следы	–	+++	++
8	Яблочно–виноградный	–	следы	+++	++	+
9	Яблочно–сливовый	следы	следы	++	++	+

Лимонная кислота - продукт лимоннокислого брожения сахаров. Имеет наиболее мягкий вкус по сравнению с другими пищевыми кислотами и не оказывает раздражающего. Действия на слизистые оболочки пищеварительного тракта. Соли и эфиры лимонной кислоты – цитраты. Применяется в кондитерской промышленности, при производстве безалкогольных напитков и некоторых видов рыбных консервов (пищевая добавка Е 330).

Яблочная кислота обладает менее кислым вкусом, чем лимонная и винная. Для промышленного использования эту кислоту получают

синтетическим путем из малеиновой кислоты, в связи с чем критерии чистоты включают ограничения по содержанию в ней примесей токсичной малеиновой кислоты. Соли и эфиры яблочной кислоты называются малатами. При нагревании до 100°С превращается в ангидрид. Применяется в кондитерском производстве и при получении безалкогольных напитков (пищевая добавка E 296).

Винная кислота содержится в больших количествах в виноградном соке и в виде следов в других соках. Не обладает каким-либо существенным раздражающим действием на слизистые оболочки желудочно-кишечного тракта и не подвергается обменным превращениям в организме человека. Около 80 % основной части разрушается в кишечнике под действием бактерий. Соли и эфиры винной кислоты называются тартратами. Применяется в кондитерских изделиях и в безалкогольных напитках (пищевая добавка E 334).

Янтарная кислота представляет собой побочный продукт производства адипиновой кислоты. Известен также способ ее выделения из отходов янтаря. Обладает химическими свойствами, характерными для дикарбоновых кислот, образует соли и эфиры, которые получили название сукцинаты. При 235 °С янтарная кислота отщепляет воду, превращаясь в янтарный ангидрид и используется в пищевой промышленности для регулирования pH пищевых систем (пищевая добавка E 363).

Характеристика соков различных наименований, учитывающая состав органических кислот, исключительно важна, так как это позволяет судить об исходном сырье, которое использовалось для их производства. Набор нескольких кислот наглядно иллюстрирует природные особенности плодов и ягод, отображенные в их кислотной системе. Изменения в составе и количественном соотношении кислот свидетельствует о технологических нарушениях. Причем исключительно важным обстоятельством является то,

что во всех случаях при соблюдении условий хранения натуральных соков, набор основных кислот остается постоянным.

Представляется целесообразным группировать соки близкие по основным признакам, а именно по доминирующим кислотам, участвующим в формировании кислотности напитков, дополняя анализ выявляемыми минорными органическими кислотами.

### **1.2.2. Классификация, технология производства и свойства вин**

Вино является одним из древних спиртных напитков, который с развитием цивилизованного общества распространялся по нашей планете. Окультуривая виноград, человек одновременно открывал для себя не только сладкую ягоду, но и спиртной напиток.

Сырьем для винодельческой промышленности является виноград. Ягоды винограда содержат высокосахаристый сок, из которого и получают вино. В состав ягод, кроме сахара (в основном глюкоза и фруктоза), входят органические кислоты, пектиновые, красящие, ароматические вещества и другие соединения. Виноград собирают в период его технической зрелости, то есть когда в нем содержится столько сахара и кислоты, сколько необходимо для получения вина данного типа. В виноделии используют технические сорта винограда, которые делятся на две большие группы: универсальные и специальные. Универсальные сорта выращивают в различных районах виноделия, из них готовят разные типы вин. Специальные сорта предназначены для выработки определенных типов вин.

Приготовление виноматериалов и их обработка производятся на заводах первичного виноделия на месте произрастания винограда. Обработанные виноматериалы перевозятся в бочках или цистернах на заводы

вторичного виноделия в места потребления вина, где они после отдыха и фильтрации разливаются в бутылки<sup>1</sup>.

В практической работе экспертам приходится исследовать разнообразные типы виноградных вин, поэтому необходимо правильно и полно указывать наименование поступивших объектов. Этому правила должны придерживаться и следователи, выносящие постановление о назначении экспертизы и предоставляющие образцы на исследование. Анализ экспертной практики показывает, что данное правило не всегда выполняется, приводя к дополнительным вопросам.

По технологии изготовления все вина делятся на: игристые, тихие, натуральные сладкие, крепленные и ароматизированные. Наиболее распространенная категория – это тихие вина, разделяемые на сухие, полусладкие и полусухие. Данные вина изготавливают только из созревшего винограда. Для изготовления розовых и красных вин используют лишь красные сорта винограда, а вот для производства белых вин могут использоваться любые сорта<sup>2</sup>.

Производство виноградных вин складывается из следующих основных стадий: получение виноградного сусла, брожение сусла, обработка и выдержка вин.

Все технологические схемы переработки винограда на сусло сводятся к двум основным: по белому способу – с быстрым отделением сусла от мезги и последующим сбраживанием сусла, и по красному – с брожением мезги; допускаются различные виды экстрагирования мезги.

По белому способу перерабатывают виноград как белых, так и окрашенных сортов, целыми гроздьями или с предварительным дроблением ягод. Получаемые виноматериалы имеют белый или розовый цвет. При переработке винограда любой окраски по красному способу виноматериалы

---

<sup>1</sup> Справочник по виноделию / Под ред. Г.Г. Валуйко, Косюры В.Т. – М.: Симферополь, Таврида. 2000 – С. 47.

<sup>2</sup> Родопуло А.К. Биохимия виноделия. М.: «Пищевая промышленность» 1971. С. 32.



имеют в основном красный и розовый цвет, иногда желтый. Технология переработки винограда по белому способу предусматривает ряд приемов, которые исключают чрезмерный переход в сусло экстрактивных и красящих веществ кожицы, которые могут ухудшить качество белых вин.

Виноград должен быть переработан в течение 4 часов после его сбора. Поступивший виноград направляют на дробление для выделения сока. В результате получают мезгу (суспензия, состоящая из жидкой фазы – сусла и твердой – кожицы и семян). От мезги самопроизвольно отделяется сусло-самотек – самая ценная фракция, из которой получают высококачественные вина. Чтобы выделить оставшееся сусло, мезгу прессуют на механических прессах, в результате получают сусло I, II и III давления. Сусло I давления частично или полностью поступает на производство марочных вин, сусло II и III давления – на получение остальных типов вин. Полученное виноградное сусло осветляют путем отстаивания с целью удаления взвешенных частиц и обрабатывают диоксидом серы или сернистой кислотой для предотвращения окислительных процессов и развития посторонних микроорганизмов. Осветленное сусло направляют на брожение. Сбраживание осуществляется чистой культурой винных дрожжей при температуре 14–22 °С. В результате получают молодое вино.

При переработке винограда по красному способу стремятся извлечь из твердых элементов виноградной грозди больше экстрактивных, красящих, фенольных и ароматических веществ. Для этого используют различные приемы: после дробления винограда, сусло настаивают на мезге либо проводят нагревание мезги или ее спиртование, брожение сусла на мезге. Температура брожения 26–30 °С. По красному способу готовят красные натуральные вина, специальные крепкие вина, все наименования десертных вин, некоторые марки розовых и желтых вин. Полученное по белому и по красному способу молодое вино направляется на выдержку.

В процессе выдержки формируются вкус и букет, характерные для вина данного типа, выпадают в осадок нестойкие соединения и значительное количество микроорганизмов, вино осветляется, становится стабильным к помутнениям. Для выдержки молодого вина применяют различные технологические емкости: деревянные бочки, крупные металлические резервуары, бутылки. При выдержке в деревянных бочках происходит газообмен между вином и воздухом, а также экстракция вином из древесины фенольных и ароматических веществ. В процессе выдержки проводят переливки и доливки. Цель переливок – отделение осветленного виноматериала от выпавших в результате выдержки или хранения осадков, при необходимости – обеспечение доступа кислорода для формирования и созревания вин. Цель доливок – исключить образование над вином свободного воздушного пространства, так как это может вызвать окисление ценных компонентов вина и развитие аэробных микроорганизмов<sup>1</sup>.

Вином называется алкогольный напиток (крепость натуральных – от 9 до 16 % об., крепленых – от 16 до 22 % об.), получаемый полным или частичным спиртовым брожением виноградного или плодово-ягодного сока (иногда с добавлением спирта и других веществ). В мире существует огромное количество вин, которые разделяются на виды и марки. Они имеют сложный химический состав и обладают характерным тонким вкусом, качеством и цветом вина, которые зависят от его происхождения, микроклимата, сорта винограда, года сбора урожая и технологии производства.

Главным образом состав вина содержит следующие основные компоненты: вода около 80 %; спирт 8,5–15 %; органические кислоты, перешедшие в вино из винограда (винная, молочная, лимонная и др.) или появившихся в процессе спиртового или яблочно-уксусного брожения

---

<sup>1</sup> Шольц, Е. П. Технология переработки винограда / Е. П. Шольц, В. Ф. Пономарев. – М.: Агропромиздат, 1990, – С. 67.

(молочная, яблочная, уксуснокислая); остаточные сахара – глюкоза, фруктоза (в сухих винах – до 0,3 %; в полусухих – до 3 %; в полусладких – до 8 %; в сладких – до 20 %); фенольные составляющие, определяющие цвет и структуру красных вин (1–5 мг/мл); ароматические вещества, образующие букет вина; эфирные масла, сложные эфиры, альдегиды; дубильные вещества; микроэлементы, сильно зависящие от почв виноградников (цинк, йод, фтор, марганец и др.), по которым можно даже определить местность, откуда произошло вино; минеральные соли (4–5 мг/мл); аминокислоты, протеины и витамины (В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub>, В<sub>6</sub>, В<sub>12</sub>, РР)<sup>1</sup>. Таким образом, помимо этилового спирта вино также содержит большое количество различных веществ.

Пищевая ценность определяется химическим составом вин, в том числе физиологической и фармакологической активностью отдельных компонентов. Органические кислоты придают вину кисловатый вкус, способствуют пищеварению, усиливают аппетит. Их концентрация составляет от 5 до 10 г/дм<sup>3</sup>. Особенно много винной, яблочной и молочной кислот, каждая из которых играет особую роль в формировании свойств вина. Количественное содержание органических кислот в различных столовых винах приведены в таблице 2.1<sup>2</sup>.

При всем многообразии вин, их можно классифицировать по следующим принципам: по способу производства, по содержанию спирта и сахара, в зависимости от качества и сроков выдержки, в зависимости от цвета и содержания углекислого газа.

---

<sup>1</sup> Агабадьянец Г.Г. Химико-технологический контроль виноделия. / Г.Г. Агабадьянец – М.: Пищевая промышленность, 2000. – С. 56.

<sup>2</sup> Елизаров Л.Г. Экспертиза качества виноградных вин. Методическое руководство/ Л.Г. Елизаров – М.: Московская высшая школа экспертизы, 2001. – С. 44.

## Содержание органических кислот в столовых винах

№ п/п	Тип вина	Наименование органической кислоты				
		Щавелевая	Лимонная	Винная	Яблочная	Янтарная
<i>Натуральные вина</i>						
<i>Белые вина</i>						
1	Сухие вина	0,05–0,15	0,02–0,03	1,6–2,9	1,2–2,4	0,8–1,2
2	Полусладкие вина	0,05–0,15	0,2–0,4	1,5–2,5	1,2–2,4	0,9–1,9
<i>Красные вина</i>						
3	Сухие вина	0,05–0,15	0,08–0,6	0,9–2,9	0,5–1,8	0,1–1,5
4	Полусладкие вина	0,05–0,15	0,08–0,4	1,3–2,0	0,3–1,7	0,5–1,6
<i>Специальные вина</i>						
<i>Белые вина</i>						
5	Крепкие вина	0,05–0,1	0,1–0,3	1,1–1,9	0,3–1,8	0,5–0,9
6	Десертные вина	-	0,08–0,4	1,1–1,8	0,7–1,5	0,5–1,0
<i>Красные вина</i>						
7	Крепкие вина	0,05–0,1	0,1–0,3	1,0–1,8	1,0–1,6	0,4–1,0
8	Десертные вина	-	0,1–0,4	1,2–2,3	0,3–2,1	0,4–1,0

По способу производства вина делятся на:

1. Натуральные – напитки, полученные полным или неполным сбраживанием сусла или мезги, содержащие этиловый спирт только эндогенного происхождения. При производстве натуральных вин допускается использование концентрата виноградного сока. Натуральные вина делятся на газированные (напитки, полученные путем искусственного насыщения обработанных виноматериалов двуокисью углерода) и тихие (вина, не насыщенные углекислым газом).

2. Специальные – напитки, приготовленные полным или неполным сбраживанием сусла или мезги с добавлением этилового спирта. В производстве вин может использоваться концентрат виноградного сока или

мистель (спиртованное виноградное сусло с долей этилового спирта не менее 16%). Специальные вина делятся на ароматизированные вина (вина в состав которых входят спирты–ратификаты, сахароза, настои отдельных частей растений по специализированной рецептуре.

По содержанию спирта и сахара:

1. Столовые сухие вина (содержат спирт естественного брожения от 9 до 14 % об. и концентрацию сахаров, не превышающую 0,3 г/100 см<sup>3</sup>);
2. Столовые полусухие вина (содержат спирт естественного брожения от 9 до 14 % об. и концентрацию сахаров до 3 г/100 см<sup>3</sup>);
3. Столовые полусладкие вина (содержат спирт естественного брожения от 9 до 12 % об. и массовую концентрацию сахаров от 3 до 8 г/100 см<sup>3</sup>);
4. Крепленые – это вина, при производстве которых допускается использование спирта–ратификата. Они делятся на крепкие вина, содержащие от 17 до 20 % об. спирта и до 14 г/100 см<sup>3</sup> сахара и десертные вина, содержащие спирт от 12 до 17 % об. и до 33 г/100 см<sup>3</sup> сахара.

В свою очередь десертные вина по содержанию сахара делятся на: полудесертные (содержание сахара от 5 до 12 г/100 см<sup>3</sup>), десертные (содержание сахара от 14 до 20 г/100 см<sup>3</sup>), ликерные (содержание сахара от 21 до 33 г/100 см<sup>3</sup>)<sup>1</sup>.

В зависимости от качества и сроков выдержки выделяют: молодые, ординарные, марочные, коллекционные

Молодые – это вина, которые реализуются до 1 января после сбора урожая.

Ординарные – это вина, которые реализуются без выдержки в возрасте до одного года, например, «Столовое белое», «Портвейн красный» и т.д.

---

<sup>1</sup> Валуйко Г.Г. Технология виноградных вин / Г.Г. Валуйко – Симферополь: Таврида, 2001 – С. 25.

Марочные – это выдержанные, высококачественные вина винодельческих районов или микрорайонов из определенных сортов винограда по специальной технологии, срок выдержки для которых: сухие столовые вина – не менее 1,5 лет; для крепких и десертных вин – не менее 2–х лет. Марочные вина особо высококачественные, которые после окончания основного срока выдержки в бочках, выдерживают дополнительно еще не менее 3–х лет уже после разлива в бутылки.

Коллекционные – это марочные вина, которые после шести лет выдержки в стационарном резервуаре, также дополнительно выдерживают в бутылках еще не менее трех лет<sup>1</sup>.

В зависимости от цвета вина делятся на красные, белые, розовые.

Виноградное вино обладает не только пищевой, но и фармакологической направленностью. Первые систематизированные сведения об этом встречаются в египетском папирусе Эберса (XVII век до н. э.). Отношение к вину, как и к любому другому алкогольному напитку, определяется мерой его потребления. В этой связи и сегодня актуальны слова врача и философа Парацельса: «Лишь мера определяет, быть веществу вредным или полезным».

### **1.3. Фальсификация соков и вин, способы её выявления**

Фальсификация пищевых продуктов имела место, как только возникли товарно-денежные отношения. Так наиболее подделываемыми товарам древности являются: ювелирные изделия, вино, золото, мед. Отсутствие единых и проверенных средств измерения (мер, весов и т.п.), а иногда и

---

<sup>1</sup> Справочник по виноделию / Под ред. Г.Г. Валуйко, Косюры В.Т. – М.: Симферополь, Таврида. 2000. – С. 44.

систем измерения, послужило фактором для совершения обмеров и обвесов, или количественной фальсификации<sup>1</sup>.

В период Советского Союза качество пищевых продуктов определялось требованиями ГОСТ – государственными отраслевыми стандартами, разработанные при участии большого количества различных институтов, ведомств и экспертов. При соответствии продукта ГОСТ, его состав становился точно известным, безопасным, без содержания каких-либо вредных веществ. Хотя в это время почти не применялись химические добавки или генетически модифицированные продукты в производстве пищевых продуктов.

В 90-е годы двадцатого века ознаменовались значительным расширением отечественного рынка пищевых продуктов, в основном при участии зарубежных производителей. Таким образом на рынок начало поступать большое количество продуктов, в том числе соков и вин, расширился их ассортимент и возникла проблема установления подлинности пищевых продуктов. До последнего времени фруктовые, овощные соки и спиртосодержащие напитки, выпускаемые в нашей стране, по предъявляемым требованиям к их составу и по разрешенным к технологическим приемам существенно отличались от продуктов аналогичного наименования, выпускавшихся за рубежом<sup>2</sup>.

Основным законодательным актом в Российской Федерации является закон «О качестве и безопасности пищевых продуктов», согласно которому: «Фальсифицированными пищевыми продуктами, материалами и изделиями признаются пищевые продукты, материалы и изделия, умышленно измененные и (или) имеющие скрытые качества и свойства, информация о которых является заведомо недостоверной или неполной».

---

<sup>1</sup> Николаева М.А. Идентификация и фальсификация пищевых продуктов / М.А. Николаева – М.: Экономика, 2006. – С. 18.

<sup>2</sup> Николаева, М. А. Идентификация и фальсификация пищевых продуктов: Товарн. справ. / М. А. Николаева, Д. С. Лычников, А. Н. Неверов. – М.: Экономика, 2006. – С. 69.

Различают следующие виды фальсификации напитков: ассортиментная, качественная, количественная, стоимостная, информационная и комплексной фальсификация.

Ассортиментная фальсификация соков и вин возможна самыми незатейливыми способами (в основном из-за отсутствия соответствующего надзора в стране): разбавление водой до минимального разрешенного стандартом содержания растворимых натуральных сухих веществ или замена части растворимых натуральных сухих веществ сахаром или специально сбалансированный смесью сахара и органической кислоты – лимонной или яблочной.

Качественная фальсификация – это подделка товаров с применением различных пищевых и непищевых добавок или нарушение рецептур с целью изменения качественных показателей органолептических и других свойств продукции.

При введении в стране государственных стандартов, которые призваны контролировать эти показатели, недобросовестные производители прибегают к более усложнённой имитации натурального продукта, применяя различные способы фальсификаций:

1. Добавление инвертного сахарного сиропа;
2. Разбавлением водой;
2. Использование другого дешевого сырья (пересортица, подмена с заменой этикетки, контрэтикетки);
3. Использование неполного объема дорогостоящих компонентов (для доведения до требуемых кондиций добавляют синтетические красители (желтые и красные, например, фуксин, анилиновые, нафталиновые, антраценовые краски, многие из которых опасны для здоровья), ароматизаторы, сахар, спирт–сырец);
4. Использование нестандартного сырья или полуфабрикатов, претерпевших микробиологическую, порчу, а также искусственных



красителей, ароматизаторов, антиокислителей, антибиотиков, с целью сокрытия истинного качества, без указания на маркировке (например, используют салициловую кислоту для консервации дешевых низкокачественных вин, которые не проходят необходимых видов технологической обработки и легко закисают)<sup>1</sup>.

Фальсифицированные вина обычно представляют собой искусственную смесь этилового спирта, сахарозы, органической кислоты и прочих ингредиентов и полностью или частично не соответствуют требованиям действующих государственных стандартов и СанПиН 2.3.2.1078–01. Подобные напитки могут стать причиной отравлений из-за присутствия нерегламентированных стандартами химических соединений, обладающих собственной токсичностью, или же компонентами, усиливающими токсическое действие этилового спирта<sup>2</sup>.

Наиболее распространенной фальсификацией является разбавление натурального напитка водой. При добавлении воды дегустаторы не замечают ее в количестве 10–20 %, и только при добавлении до 50 % дегустаторы указывают на водянистость вкуса. подобным путем «исправляют» некачественные кислые вина или соки, а крепость, кислотность и другие показатели доводят до требуемых кондиций. Для того, чтобы не ощущался водянистый вкус добавляют сахар, лимонную или яблочную кислоту. Многолетний опыт практической работы свидетельствует также о том, что натуральная (подлинная) и фальсифицированная продукция существенно отличается по качественному составу органических и аминокислот. Следует отметить, что в таком случае к показателям подлинности и качества сока и вин можно отнести: титруемая кислотность, содержание комплекса органических кислот (лимонной, щавелевой, яблочной, винной, молочной,

---

<sup>1</sup> Фуркевич В.В. Фальсификация вин и способы ее выявления. / В.В.Функевич Сад, виноград и вино Украины. №3, 4, 2001. С. 23.

<sup>2</sup> Фуркевич В.В. Фальсификация вин и способы ее выявления. / В.В.Функевич Сад, виноград и вино Украины. №3, 4, 2001. С. 34.

янтарной кислот), глюкозы, фруктозы, сахарозы и ряда других показателей в полученных образцах, напрямую определяющие вид, назначение и качество соков и вин.

Добавки и компоненты, применяемые при качественной фальсификации, бывают двух основных видов: пищевые и непищевые. Пищевые добавки, в свою очередь, подразделяют на: допустимые для здорового, допустимые для детей и допустимые при некоторых заболеваниях<sup>1</sup>.

Количественная фальсификация – это обман потребителя за счет значительных отклонений параметров товара (массы, объема и т.п.) от допустимых норм. Как правило эта фальсификация осуществляется на стадии производства – при розливе соков и вин или на предприятиях, или при отпуске потребителю.

Стоимостная фальсификация – обман путем реализации низкокачественных товаров по ценам высококачественных или товаров с меньшими количественными характеристиками по цене товаров с большими количественными показателями. Этот вид самый распространенный, так как он позволяет получить доход путем неоправданного повышения стоимости товара, а это основная цель обмана потребителей,

Информационная фальсификация представляет собой обман потребителя с использованием неточной или искаженной информации о составе и (или) свойствах алкогольных или безалкогольных напитков.

Этот вид осуществляется путем искажения информации в сопроводительной документации, сертификатах, маркировке и рекламе. Рассмотренные ранее виды фальсификации, чаще всего, дополняются именно информационной фальсификацией.

---

<sup>1</sup> Сарафанова, Л.А. Посторонние вещества и пищевые добавки в продуктах. 6-е изд., исп. и доп. – М.: Санкт–Петербург, ГИОРД, 2005. – С. 36.

Комплексной фальсификация бывает двух видов: технологическая; пред реализационная.

При технологической, подделка осуществляется в процессе цикла производства. К этому виду относится фальсификация путем введения пищевых добавок без их указания при маркировке и т.п. Предреализационная подделка происходит при подготовке их к продаже или при отпуске потребителю<sup>1</sup>.

Таким образом, при возникновении сомнений в подлинности сока, определяющими показателями могут выступать: титруемая кислотность, содержание лимонной, изолимонной, яблочной кислоты, глюкозы, фруктозы, сахарозы, калия, натрия, кальция, магния, общего фосфора, сульфатов, нитратов, золы и ряда иных показателей.

Принятие в российском законодательстве стандартов на методы подтверждения подлинности соков сформировали нормативную базу для ликвидации производства, выпускающего фальсифицированную продукцию, и создания комфортных условий на потребительском рынке.

Сегодня при решении проблемы подлинности винодельческой продукции не вызывает сомнения необходимость выработки эффективной государственной политики как системы мер правового, экономического и социального характера, где свое место должны занять меры, закрывающие доступ фальсифицированной продукции на потребительский рынок. Новые, более эффективные методы идентификации напитков должны дополнить и усилить систему контроля качества продукции. Идентификацию проводят в целях, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации, ГОСТ, а также для предупреждения действий, вводящих в заблуждение потребителей и обеспечения условий добросовестной конкуренции на рынке. При этом усилия ученых и специалистов должны

---

<sup>1</sup> Николаева, М. А. Идентификация и фальсификация пищевых продуктов: Товарн. справ. / М. А. Николаева, Д. С. Лычников, А. Н. Неверов. – М.: Экономика, 1996. – С. 38.

быть направлены как на совершенствование методов и на разработку перспективных объективных экспресс–методик, позволяющих по отдельным показателям или комплексу показателей судить о натуральности продукта<sup>1</sup>.

Для выявления фальсифицированных вин, а также для определения способа фальсификации используют газовую хроматографию. Этот метод нашел применение при исследовании качества шампанского вина, а также при анализе летучих соединений вин.

В последние годы особенно широкое применение в вопросе исследования напитков получила жидкостная хроматография. Популярность хроматографии как метода количественного анализа объясняется совмещением сразу двух процессов – разделения смеси веществ и количественного определения разделенных в колонке индивидуальных веществ<sup>2</sup>. В отличие от других аналитических методов, в хроматографии нет необходимости в том, чтобы метод детектирования был специфичен к данному веществу или к данному классу веществ. При этом метод позволяет без предварительной обработки количественно определить содержание каждого из компонентов в анализируемой смеси и уже нашел свое применение в определении винной, яблочной, молочной, уксусной кислот в различных соках<sup>3</sup>.

Таким образом, разработка комплекса методов идентификации органических кислот для определения подлинности вина и их широкое внедрение на территории всей России является актуальной задачей винодельческой отрасли.

---

<sup>1</sup> Анисимович, И.П. Определение кислотности некоторых плодов, соков и прохладительных напитков / И.П. Анисимович, Р. Отман, Л.А. Дейнека, В.И. Дейнека, Л.В. Волощенко // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия: Естественные науки, 2011. – Выпуск № 9-2 (104). – Т.15. – С. 250–256

<sup>2</sup> Рудаков, О.Б. Спутник хроматографиста. Методы жидкостной хроматографии / О.Б. Рудаков, И.А. Востров, С.В. Федоров. – Воронеж: «Водолей». 2004. – С. 28.

<sup>3</sup> Фуркевич В.В. Фальсификация вин и способы ее выявления. / В.В.Функевич Сад, виноград и вино Украины. №3, 4, 2001 – 33 с.

## ГЛАВА II. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПЛЕКСА ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ В СОКАХ И ВИНАХ

### 2.1. Газовая хроматография

С середины XX века и до наших дней хроматография интенсивно развивалась и стала одним из наиболее широко применяемых аналитических методов. Хроматография – метод разделения и анализа смесей веществ, а также изучения физико–химических свойств веществ. Основан на распределении веществ между двумя фазами – неподвижной (твёрдая фаза или жидкость, связанная на инертном носителе) и подвижной (газовая или жидкая фаза, элюент)<sup>1</sup>.

Газовая хроматография является ключевым методом при определении натуральности продуктов, проведении качественного и (или) количественного анализа их состава, при исследовании безопасности пищевых добавок.

Газовая хроматография (ГХ) – метод разделения летучих, термостабильных соединений. Этим требованиям отвечает около 5% известных органических соединений, но именно эти соединения оставляют 70–80 % соединений, которые использует человек в сфере производства и быта. Хроматограф – это прибор для проведения хроматографии. Подвижной фазой служит инертный газ (газ–носитель), протекающий через неподвижную фазу, имеющую большую поверхность. В качестве подвижной фазы можно использовать водород, гелий, азот, аргон и углекислый газ. Наиболее часто используют азот, как более доступный и дешевый. Газ–носитель обеспечивает перенос разделяемых компонентов по

---

<sup>1</sup> Тринева, О.В. Сорбционные и хроматографические процессы / О.В. Тринева, И.И. Сафонова, Е.Ф. Сафонова, А.И. Сливкин. - Воронеж: ВГУ, 2013. - Т.13. - Вып. 6. - С. 90-91.

хроматографической колонке и не взаимодействует ни с разделяемыми веществами, ни с неподвижной фазой. Колонка – содержит хроматографический сорбент, выполняет функцию разделения смеси на индивидуальные компоненты<sup>1</sup>.

Для выявления фальсифицированных вин, а также для определения способа фальсификации применяют газовую хроматографию. Этот метод нашел применение при исследовании качества шампанского вина, а также при анализе летучих соединений вин. Анализ на основе газовой хроматографии дает успешные результаты при обнаружении изменений концентраций определенных ароматических соединений при хранении торговых сортов белых вин в реальных условиях. В последние годы применяется метод на основе газовой хроматографии с ионным и УФ детекторами по определению пищевых добавок в напитках.

Методика позволяет определить подсластители (сахарин, аспартам), консерванты (бензойная и сорбиновая и другие кислоты).

Достоинствами газовой хроматографии являются:

1. Универсальность: разделение и анализ самых различных смесей – от низкокипящих газов до смесей жидких и твердых веществ с температурой кипения до 500 °С и выше – характеризует универсальность метода. В нефтехимической и газовой промышленности 90–100 % всех анализов можно выполнять методом газовой хроматографии.

2. Высокая чувствительность: высокая чувствительность метода обусловлена тем, что применяемые детектирующие системы позволяют надежно определять концентрации 1–10 мг/мл. Используя методы концентрирования и селективные детекторы, можно определять микропримеси с концентрациями до 10 %.

---

<sup>1</sup> Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А. Я. Газовая хроматография. – М., 2009. – С. 58.

3. Легкость аппаратного оформления: газовые хроматографы относительно дешевы, достаточно надежны, имеется возможность полной автоматизации процесса анализа.

4. Малый размер пробы: газовая хроматография по существу метод микроанализа, поскольку для анализа достаточно пробы в десятые доли миллиграмма.

5. Высокая точность анализа: погрешность измерений  $\pm 5\%$  относительных достигается практически на любой газохроматографической аппаратуре. В специальных условиях достигается погрешность  $\pm 0.001-0.002\%$ .

Следует отметить и существующие ограничения метода газовой хроматографии.

Ограничения метода газовой хроматографии:

1. Невозможность разделения и анализа смесей нелетучих соединений;
2. Осложнения при разделении и анализе термически нестабильных соединений;
3. Невозможность разделения и анализа соединений, способных к диссоциации в анализируемых растворах (разделение ионов).

## **2.2. Тонкослойная хроматография**

Тонкослойная хроматография (ТСХ) это один из наиболее простых и эффективных методов разделения микроколичеств сложных многокомпонентных смесей неорганических и органических веществ. В методе ТСХ неподвижная твердая фаза тонким слоем наносится на стеклянную, металлическую или пластмассовую пластинку. В 2–3 см от края пластинки на стартовую линию вносят пробу анализируемой жидкости и край пластинки погружают в растворитель, который действует как подвижная фаза жидкостной адсорбционной хроматографии. Под действием

капиллярных сил растворитель движется вдоль слоя сорбента и с разной скоростью переносит компоненты смеси, что приводит к их разделению, что, видно исходя из рисунка 2.1. Диффузия в тонком слое происходит в продольном и поперечном направлениях, поэтому процесс следует рассматривать как двумерный<sup>1</sup>.

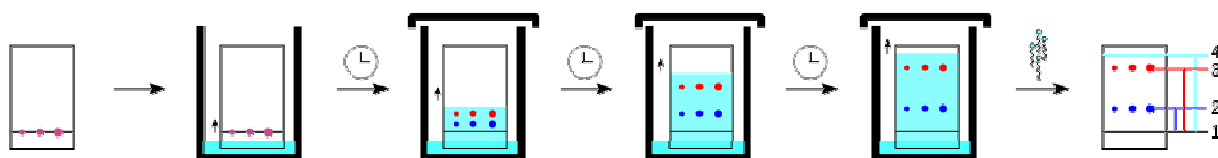


Рис. 2.1. Процесс получения хроматограммы методом ТСХ.

Элюирование в ТСХ: 1 – линия старта, 2 – зоны первого вещества разделяемой смеси, 3 – зоны второго вещества смеси, 4 – линия фронта.

Качественный анализ в ТСХ. Наиболее общий подход к качественному анализу основан на значениях  $R_f$  (параметр, аналогичный времени удержания, зависит от свойств разделяемых веществ, подвижной фазы и сорбента). Хроматографическая подвижность является чувствительной характеристикой вещества, однако она существенно зависит от условий определения. При соблюдении стандартных условий получают воспроизводимые значения  $R_f$ , которые можно использовать в аналитических целях при сравнении с табличными, если они получены в тех же условиях опыта.

Самым надежным является методом свидетелей, когда на стартовую линию рядом с пробой наносятся индивидуальные вещества, соответствующие предполагаемым компонентам смеси. Влияние различных факторов на все вещества будут одинаковым, поэтому совпадение  $R_f$  компонента пробы и одного из свидетелей дает основание для отождествления

<sup>1</sup> Гейсс Ф. Основы тонкослойной хроматографии. / Ф. Гейсс. - М.: Мир, 1999. – С. 40.



веществ с учетом возможных наложений. Несовпадение  $R_f$  интерпретируется более однозначно: оно указывает на отсутствие в пробе соответствующего компонента. На практике стандартное вещество (свидетель) в том же растворителе наносится на стартовую линию вместе с анализируемой пробой и хроматографируется в тех же условиях.

Методика проведения исследования. Калиброванным капилляром наносят 5 мкл вина (неизвестного образца жидкости) на пластинку с тонким слоем сорбента – «Силуфол УФ–254» - размером 15x15 см или 5x15 см. После каждого прикосновения капилляра к пластинке образующееся пятно подсушивают потоком теплого воздуха. Таким же образом рядом с пятном исследуемого образца наносят два-три мкл стандартного раствора смеси органических кислот (8-10 прикосновений капилляра).

Пластинку, готовую для хроматографии, погружают в систему растворителей: этанол–аммиак–вода (50 : 15 : 2,5), налитую на дно хроматографической банки (объем камеры 3–3,5 л). Процесс хроматографирования продолжается 1 час 15 минут, при этом растворитель проходит расстояние 13–14 см. Затем пластинку вынимают из камеры и тщательно высушивают в течение 3-4 часов при комнатной температуре. После полного удаления растворителей пластинку повторно погружают в вновь приготовленную систему растворителей и процесс повторяют.

Высушенную после второго процесса хроматографирования пластинку увлажняют из пульверизатора под тягой не очень обильно проявляющим реагентом (анилин–углевод) и затем для развития окраски пятен на хроматограмме помещают ее в термостат при температуре 100–110°C. Спустя 10–15 минут появляются темно-коричневые пятна на светло-желтом фоне, долго сохраняющие окраску при комнатной температуре. Пластинку вынимают из шкафа и оценивают хроматограмму методом визуального сравнения.

Полученные хроматограммы фотографируют и прилагают в качестве иллюстративного материала (Рис. 2.2).

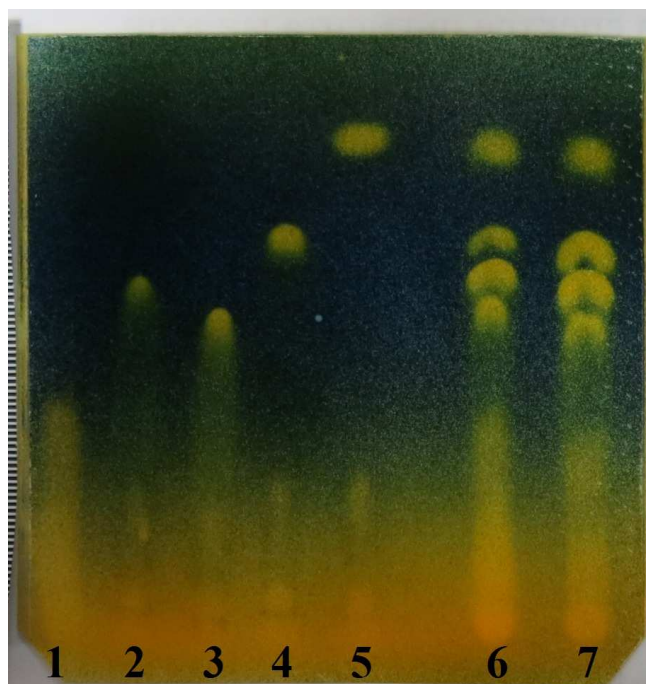


Рис. 2.2. Хроматограмма органических кислот.

1 - щавелевая, 2 - винная, 3 - лимонная, 4 - яблочная, 5- янтарная, 6- смесь кислот (3 мкл), 7- смесь кислот (5 мкл).

В таблице 2.2 даны значения  $R_f$  для органических кислот, выявляемых в виноградных и плодово-ягодных винах.

Таблица 2.2

Значения  $R_f$  для органических кислот, выявляемых в винах

№ п/п	Кислоты	$R_f$
1	Щавелевая	0,14
2	Лимонная	0,36
3	Винная	0,39
4	Яблочная	0,80
5	Янтарная	0,90

Совокупность тех или иных органических кислот в виноградных и плодово-ягодных винах, выявляемых методом хроматографии позволяет использовать их в качестве дифференцирующих признаков при установлении природы вина.

При исследовании виноградных вин домашней выработки отсутствие винной кислоты может служить доказательством фальсификации вина, то есть приготовления его из виноградных выжимок, сахара и воды. В таких винах отсутствует и яблочная кислота. В этих случаях, в заключении эксперта целесообразно именовать яблочную и винную кислоты как оксиянтарная и диоксиянтарная соответственно.

Рассмотренным методом хроматографии в тонком слое не могут быть исследованы вина, содержащие сахара, особенно в тех случаях, когда их содержание велико. Поэтому исследованию крепленых вин должна предшествовать работа по выделению органических кислот на ионообменных смолах и затем проводится хроматографирование полученных элюатов в тонком слое по описанной методике.

К достоинствам тонкослойной хроматографии можно отнести следующие:

1. Экспрессность – приготовление пробы для качественной ТСХ может уложиться в 1 минуту, для количественной – 5-10 минут (в сложных случаях до получаса).

2. Универсальность – предоставляет возможность разделения многих образцов и многомерного элюирования при различных условиях.

3. Простота техники ТСХ – для освоения техники проведения анализа достаточно проведения 5 – 6 анализов под руководством специалиста.

4. Наглядность и информативность – обработка хроматограммы различными реактивами не только позволяет установить расположение пятен (при анализе неокрашенных соединений), но может дать ценную информацию о химической природе обнаруживаемых веществ по

специфической окраске пятен до и после применения того или иного реактива. В арсенале ТСХ имеется сотни различных реактивов на многие классы органических веществ. При использовании определенной техники работы одну и ту же хроматограмму можно обрабатывать последовательно несколькими реактивами на разные функциональные группы, что позволяет надежно дифференцировать даже близкие по структуре вещества одного класса.

5. Простота оборудования – минимальный комплект оборудования для ТСХ состоит из готовой пластинки для ТСХ, ножниц, набора стеклянных капилляров, микропипеток, стеклянной камеры с крышкой, мягкого карандаша (исключительно графитовый), линейки с миллиметровыми делениями, пинцета, фильтровальной бумаги, источника УФ-света и нескольких пульверизаторов для опрыскивания хроматограммы растворами реактивов.

К недостаткам тонкослойной хроматографии можно отнести следующие:

1. Ограниченная разрешающая способность – в ТСХ используются достаточно короткие пластинки, обеспечивающие путь элюции в 5–15 см, что при ограниченной разделяющей способности может оказаться недостаточным для надежного разделения веществ;

2. Зависимость от внешних условий – потому, что для разделения используется «открытая» система, результаты зависят от окружающей среды (например, относительная влажность влияет на состояние гидрофильных слоев, что приводит к необходимости контроля влажности среды; поверхность пластинки способна улавливать загрязняющие вещества из воздуха, из-за чего могут искажаться количественные результаты);

3. Осложнена работа с летучими образцами или с веществами, чувствительными к кислороду или к свету;

4. Длительное время проведения исследования.

### 2.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография

Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), также называемая жидкостной хроматографией высокого давления, – наиболее перспективный аналитический вариант классической колоночной хроматографии в современном приборном исполнении. ВЭЖХ позволяет проводить одновременное разделение сложных проб на составляющие их компоненты, детектирование большинства компонентов, измерение концентрации одного или нескольких соединений (в зависимости от конкретных аналитических задач и наличия стандартных образцов). Метод ВЭЖХ широко применяется для целей количественного химического анализа в экологии, санитарно–гигиенических и ветеринарных исследованиях, при контроле качества и сертификации пищевой и сельскохозяйственной продукции, в медицине, фармацевтике, нефтехимии, криминалистике<sup>1</sup>.

Метод основан на разрушении сложноэфирных связей триглицеридов пробы посредством щелочного гидролиза с высвобождением жирных кислот и, после хроматографического разделения в изократическом режиме, последующем их детектировании при помощи низкотемпературного детектора светорассеяния.

Высокоэффективная жидкостная хроматография реализуется с использованием блочно–модульной хроматографической системы – жидкостного хроматографа, в котором жидкая подвижная фаза (элюент) определенного состава (из 2–3 компонентов) с помощью насосного блока под высоким давлением (обычно 50–200 атмосфер) с заданной постоянной скоростью (100–1000 мкл/мин) непрерывно подается через хроматографическую колонку – стальную трубку длиной 50–250 мм, внутреннего диаметра 2–5 мм, плотно и равномерно заполненную

---

<sup>1</sup> Рудаков, О.Б. Спутник хроматографиста. Методы жидкостной хроматографии / О.Б. Рудаков, И.А. Востров, С.В. Федоров. – Воронеж: «Водолей». 2004. – С. 52.

однородными частицами сорбента диаметром 3–10 мкм. В качестве сорбента могут использоваться адсорбенты с развитой поверхностью или неподвижные жидкие фазы, привитые к поверхности твердого носителя (химически модифицированные сорбенты).

После соответствующей пробоподготовки определяемые компоненты вводятся в составе анализируемой пробы объемом 10–100 мкл в хроматографическую колонку с помощью дозирующего устройства. В процессе движения вдоль слоя сорбента в потоке подвижной фазы компоненты пробы многократно сорбируются неподвижной фазой, затем вновь десорбируются. Различные соединения передвигаются по колонке с различной скоростью и достигают детектора, подключенного к выходу хроматографической колонки, последовательно, в разное время. Детектирование чаще всего осуществляется путем регистрации поглощения в УФ – или видимой области спектра или измерения флуоресценции (либо собственной флуоресценции анализируемого вещества, либо флуоресценции соответствующих производных, если само определяемое соединение не флуоресцирует). С использованием компьютерной системы сбора и обработки данных производится идентификация компонентов анализируемой смеси по времени удерживания и их количественное определение по величине аналитического сигнала (Рис. 2.3)<sup>1</sup>.

Условия хроматографирования:

1. Элюент – 0,1 моль/дм<sup>3</sup> фосфатный буфер, рН=2,4;
2. Скорость элюирования – 1,0 см<sup>3</sup>/мин;
3. Колонка Phenomenex C<sub>18</sub> (LUNA).

---

<sup>1</sup> ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии» – М.: Стандартинформ. 2018. – С. 4-7

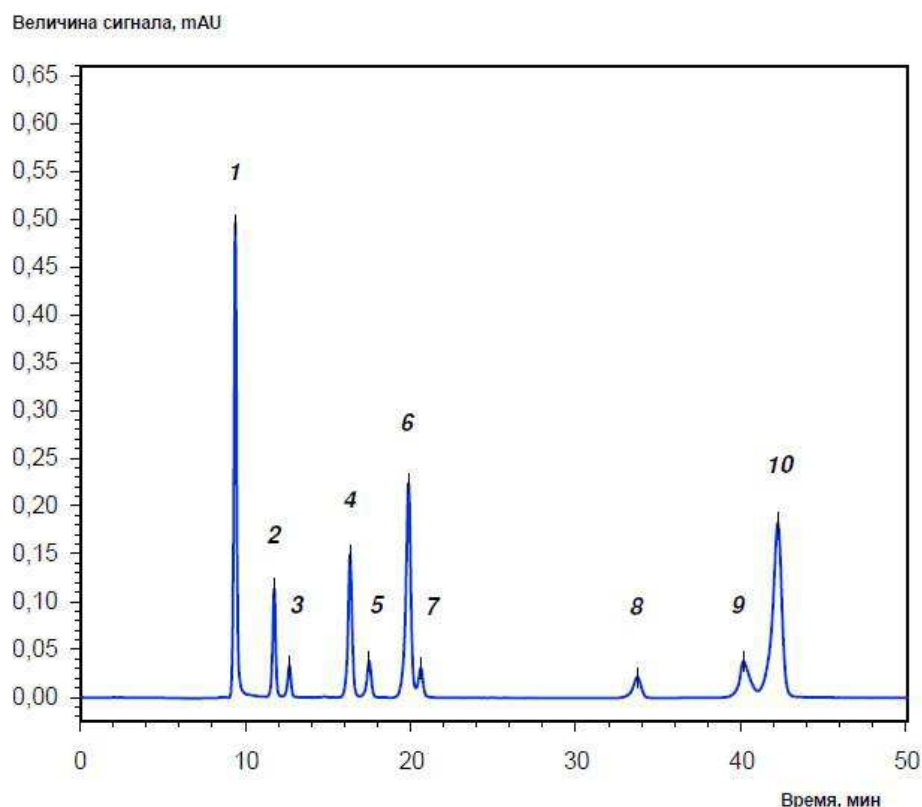


Рисунок 2.3. Хроматограмма модельной смеси органических кислот:

1 – щавелевая, 2 – винная, 3 – лимонная, 4 – яблочная,  
5 – изолимонная, 6 – шикимовая, 7 – молочная, 8 – хинная,  
9 – янтарная, 10 – фумаровая.

В последние годы особенно широкое применение в вопросе исследования алкогольной продукции получила жидкостная хроматография. Популярность хроматографии как метода количественного анализа объясняется тем, что она совмещает в себе сразу два процесса – это разделение смеси индивидуальных веществ и их количественное определение. Таким образом, в отличие от других аналитических методов, в хроматографии нет необходимости в том, чтобы метод детектирования был специфичен к данному веществу или к данному классу веществ. При этом метод позволяет без предварительной обработки количественно определить содержание одного или несколько компонентов в анализируемой смеси. Преимущество жидкостной хроматографии состоит еще и в том, что она позволяет идентифицировать вещества при температуре окружающей среды,

в то время как в газовой требуются высокие температуры, при которых вещества могут распадаться, а также исследовать нелетучие компоненты. Данный метод уже нашел свое применение в определении винной, яблочной, уксусной кислот в различных винах. ВЭЖХ позволяет создать оптимальные условия для аналитического разделения фенольных кислот, определить присутствие хинина, сорбиновой и бензойной кислот. Продолжительность анализа составляет около 10 минут, при этом метод позволяет определить концентрацию компонентов смеси порядка 1 мг/дм<sup>3</sup>.

К достоинствам высокоэффективной хроматографии можно отнести следующие:

1. Высокая скорость проведения анализа (10–30 мин);
2. Четкость разделения компонентов;
3. Высокая чувствительность метода, зависящая от применяемого детектора;
4. Позволяет без предварительной обработки количественно определить содержание нескольких компонентов в образце;
5. Высокая степень автоматизации разделения и обработки полученной информации.

К недостаткам относятся:

1. Дорогостоящее оборудование;
2. Высококвалифицированный персонал.

#### **2.4. Перспективные методы анализа**

Широкое применение при идентификации спиртных напитков получил метод ядерно-магнитно-резонансной спектроскопии. Установлена возможность применения этого метода для качественного определения и изучения структуры (без предварительного выделения) ряда ингредиентов вина, в частности метанола, этанола, глицерина, органических кислот,



сахара, дающего при окислении моносахариды, редких видов сахаров, а также для обнаружения примесей диэтиленгликоля в вине.

Данный метод с использованием  $C_{13}$  позволяет обнаружить и количественно определить кислоты в винах, винных экстрактах, плодово-ягодных соках и их концентратах без предварительной подготовки проб и отделения от специфических веществ. Расхождение между результатами анализов происходит только в случае наличия кислот, образующих циклические амиды. Предложенный метод дает возможность также определить консерванты. Применение этого метода для обнаружения фальсификации соков и вин основывается на возможности установления добавления сахара, синтетических добавок и примесей маскирующих веществ.

На основе ядерно-магнитно-резонансной спектроскопии разработан надежный метод определения содержания компонентов алкогольных и безалкогольных напитков, основанный на разделении на фракции содержащихся в них природных изотопов и измерении их отношения. Метод используется для определения степени разбавления напитков водой, года и места его производства, сорта винограда, из которого изготовлено вино, способа приготовления, наличия в спиртных напитках примесей мелассы, а также присутствие сахара-сырца в меде, фруктовых концентратах и соках. Вышеизложенное позволяет утверждать о высокой эффективности метода, но являясь очень дорогим, этот метод весьма труднодоступен для ежедневного массового определения качества соков и вин и других напитков.

Наличие или отсутствие органических кислот в пробе, а также их количественное содержание и соотношение также возможно с применением современного метода капиллярного электрофореза (КЭ). Метод капиллярного электрофореза является одним из перспективных и высокоэффективных методов разделения и анализа сложных смесей. Метод измерений основан на разбавлении пробы и определении массовых

концентраций анализируемых компонентов методом капиллярного электрофореза с косвенным детектированием при длине волны 254 нм. Микрообъем анализируемого раствора вводится в капилляр, предварительно заполненный подходящим буфером – электролитом. После подачи к концам капилляра высокого напряжения, компоненты смеси начинают двигаться по капилляру с разной скоростью, которая зависит в первую очередь от заряда и массы и, соответственно, в разное время достигают зоны детектирования. В результате детектирования получается определенная последовательность пиков, которая называется электрофореграммой. Качественной характеристикой вещества является параметр удерживания, а количественной – высота или площадь пика, пропорциональная концентрации вещества (рис. 2.4 и 2.5)<sup>1</sup>. Определению органических кислот не мешают неорганические анионы, аскорбиновая, бензойная кислоты в концентрациях, характерных для анализируемой продукции.

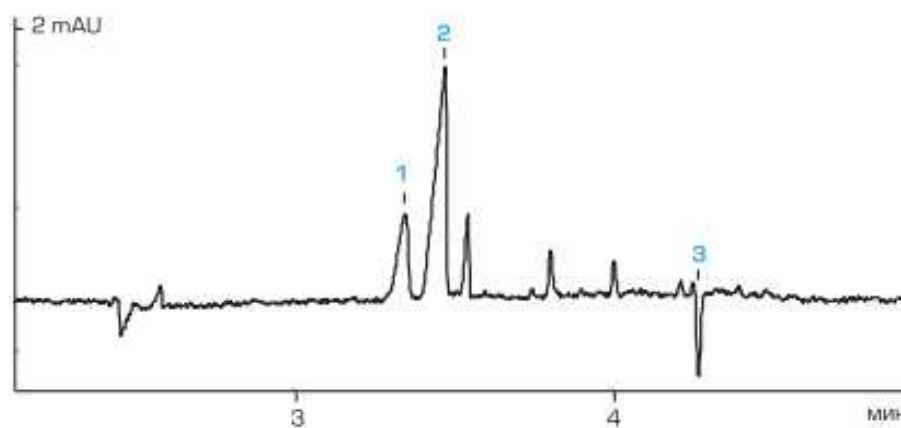


Рисунок 2.5. Электрофореграмма пробы сока (разбавление в 100 раз):  
1 – яблочная кислота, 2 – лимонная кислота, 3 – аскорбиновая кислота.

---

<sup>1</sup> Сурякова, В.В. Новая методика определения органических кислот в винах методом капиллярного электрофореза / В.В. Сурякова, О.В. Попова, Г.В. Бурмакина, А.И. Рубайло / Journal of Siberian Federal University. Chemistry 4. 2011. – С. 93-97.

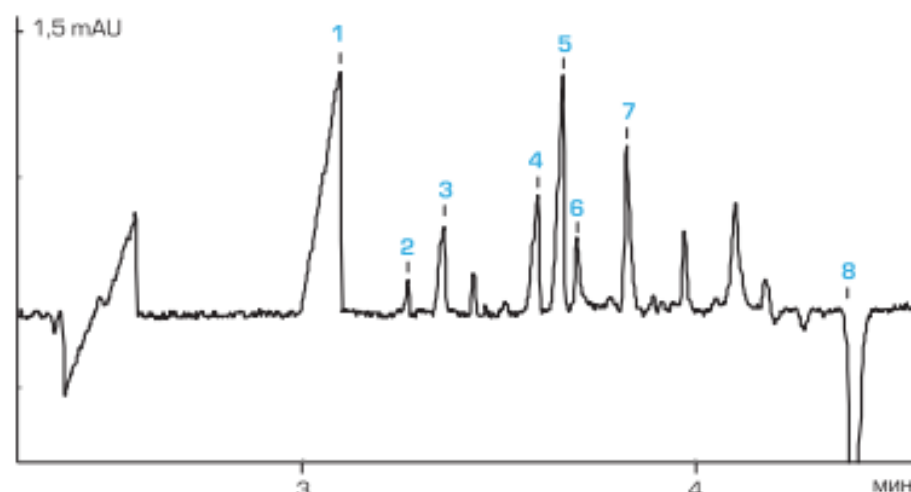


Рисунок 2.4. Электрофореграмма пробы вина (разбавление в 50 раз):

- 1 – винная кислота, 2 – яблочная кислота, 3 – лимонная кислота,  
4 – янтарная кислота, 5 – молочная кислота, 6 – фосфат-ионы, 7 –  
уксусная кислота, 8 – сорбиновая кислота.

Преимуществами метода капиллярного электрофореза по сравнению с определением органических кислот методом ВЭЖХ являются:

1. Короткое время анализа.
2. Отсутствие дорогостоящих хроматографических колонок.
3. Низкая стоимость одного определения.
4. Высокая эффективность разделения.
5. Простота оборудования.

Использование современных методов исследования состава соков и вин позволяет не только установить сам факт, но и способ фальсификации. Новые эффективные методы идентификации соковой и винодельческой продукции должны дополнить и усилить систему контроля качества напитков.

## ГЛАВА III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ В НЕКОТОРЫХ ОБРАЗЦАХ СОКОВ И ВИН МЕТОДОМ ВЭЖХ

### 3.1. Описание объектов исследования

Образец № 1

**Наименование:** «Моя семья Яблоко–виноград»

**Производитель:** ОАО «Нидан Соки»

**Емкость:** мягкая, бумажная не прозрачная упаковка, зеленого цвета, объемом 1 литр.

**Нормативно–техническая**

**документация:** ГОСТ Р 32103-2013

**Место приобретения:** Торговая сеть



## Образец № 2

**Наименование:** «Фруктовый сад

Яблоко»

**Производитель:** ОАО «Лебедянский»

**Емкость:** мягкая, бумажная не прозрачная упаковка, зеленого цвета, объемом 1 литр.

**Нормативно–техническая**

**документация:** ГОСТ Р 32103-2013

**Место приобретения:** Торговая сеть



## Образец № 3

**Наименование:** «4 сезона

Апельсиновый»

**Производитель:** ОАО «Прогресс»

**Содержание сахара:** 20–40 г/дм<sup>3</sup>

**Емкость:** мягкая, бумажная не  
прозрачная упаковка, оранжевого цвета,  
объемом 1 литр.

**Нормативно–техническая**

**документация:** ГОСТ Р 52185-2007

**Место приобретения:** Торговая сеть



## Образец № 4

**Наименование:** Игристое вино  
«Palestro Lambrusco Emilia IGT Rosso  
Amabile» Красное, полусладкое.

**Виноград:** Ламбруско: 100%

**Производитель:** Fratelli Martini.

**Регион:** Италия, Эмилия–Романья,  
Эмилия

**Крепость:** 9%

**Содержание сахара:** 25–40 г/дм<sup>3</sup>

**Емкость:** бутылка, объемом 0,75 л. из  
зеленого, прозрачного стекла.

**Нормативно–техническая**

**документация:** Регламент Совета ЕЭС  
№822/87 от 16.03.87г.

**Место приобретения:** Торговая сеть



## Образец № 5

**Наименование:** «Mateus Rose»

Вино: Розовое, полусладкое

**Регион:** Португалия, Дору

**Производитель:** Sogrape Vinhos.

**Крепость:** 10.5 % об.

**Содержание сахара:** 30-40 г/дм<sup>3</sup>

**Емкость:** бутылка, объемом 0,75 л. из  
белого матового стекла.

**Нормативно–техническая**

**документация:** ГОСТ Р 52523–2006

**Место приобретения:** Торговая сеть





## Образец № 6

**Наименование:** «J.P. Chenet» Красное, полусухое.

**Регион:** Франция, Лангедок–Руссийон

**Производитель:** J.P. Chenet.

**Крепость:** 12.5% об.

**Содержание сахара:** 20–40 г/дм<sup>3</sup>

**Виноград:** Каберне Совиньон: 60%, Сира: 40%

**Емкость:** бутылка, объемом 0,75 л. из светлого, матового стекла.

**Нормативно–техническая**

**документация:** ГОСТ Р 52523–2006

**Место приобретения:** Торговая сеть



## Образец № 7

**Наименование:** Вино столовое «Toro de Oro Tinto Semi-Dulce», красное, полусладкое

**Производитель:** «Бодегас Вальдеорите С.Л.» – Испания

**Крепость:** 10 % об.

**Содержание сахара:** 18–45 г/дм<sup>3</sup>

**Емкость:** бутылка, объемом 0,75 л. из зеленого, прозрачного стекла.

**Нормативно–техническая**

**документация:** Регламент Совета ЕЭС 1493/1999 от 17.05.1999 г.

**Место приобретения:** Коллекция ЭКЦ УМВД по Белгородской области.



## Образец № 8

**Наименование:** «Chateau Erken»,

вино белое, сладкое

**Производитель:** Страна: Россия

Регион: Долина Терека

**Крепость:** 11% об.

**Содержание сахара:** 20–40 г/дм<sup>3</sup>

**Емкость:** бутылка, объемом 0,75 л. из светлого, прозрачного стекла.

**Нормативно–техническая**

**документация:** ГОСТ Р 52523–2006

**Место приобретения:** Торговая сеть



## Образец № 9

**Наименование:** «Изабелла» столовое розовое полусладкое.

**Производитель:** ЗАО РПК «Славянский», Краснодарский край, Россия.

**Крепость:** 10-12 % об.

**Содержание сахара:** 30-40 г/дм<sup>3</sup>

**Емкость:** мягкая, бумажная не прозрачная упаковка, белого цвета, объемом 1 литр.

**Нормативно-техническая документация:** ГОСТ Р 52523-2006

**Место приобретения:** Коллекция ЭКЦ УМВД по Белгородской области.



### 3.2. Исследования образцов соков и столовых вин методом ВЭЖХ

Цель работы: установить наличие и количественное содержание органических кислот в образцах нескольких наименований столовых вин и соков, реализуемых в торговой сети г. Белгорода и имеющиеся в коллекции ЭКЦ УМВД РФ по Белгородской области в соответствии с методикой, приведенной в ГОСТ 32771-2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии»<sup>1</sup>.

Оборудование: жидкостной хроматограф «Agilent Technologies1100», оснащенный диодно-матричным детектором (рабочий диапазон длин волн поглощения от 180 до 600 нм) с хроматографической колонкой «Eclipse XDB C<sub>18</sub>» 4,6x150 мм с размером частиц 5 мкм, дегазатором и бинарным градиентным насосом поршневого типа.

Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы: цилиндры 50 см<sup>3</sup> и 1000 см<sup>3</sup>; колбы мерные 25 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup> и 1000 см<sup>3</sup>; пробирки 10 см<sup>3</sup>; виалы (емкости для жидких проб) вместимостью 1,5 см<sup>3</sup>; установка для дегазации растворителей и элюента; фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (для фильтрования подвижной фазы и проб); колбы конические 1000 см<sup>3</sup>; воронки лабораторные; бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026; мешалка магнитная лабораторная; рН–метр с диапазоном измерений от 2 до 14 ед. рН по ГОСТ 9245; весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76–1 высокого класса точности.

---

<sup>1</sup> ГОСТ 32771-2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. – С. 1.

Реактивы: вода 2-й степени чистоты по ГОСТ ISO 3696; калий фосфорнокислый двузамещенный безводный, массовой долей основного вещества не менее 99%; кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч.д.а.; ацетонитрил для градиентной ВЭЖХ с содержанием основного вещества не менее 99,9%; кислоты органические: моногидрат лимонной кислоты по ГОСТ 3652, ч.д.а.; кислота винная по ГОСТ 5817, ч.д.а.; кислота яблочная, массовой долей основного вещества не менее 99,5%; кислота щавелевая по ГОСТ 22180, ч.д.а.; кислота янтарная ГОСТ 6341, ч.д.а<sup>1</sup>.

Ход работы: для приготовления фосфатного буферного раствора (подвижной фазы) молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора взвесили 13,6 г безводного дигидрофосфата калия и поместили в коническую колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворили в дистиллированной воде при перемешивании на магнитной мешалке. После чего довели кислотность раствора до значения  $2,4 \pm 0,2$  рН, прибавляя по каплям концентрированную ортофосфорную кислоту.

Готовый буферный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки и перемешивают. Полученный раствор отфильтровывают и дегазируют через мембранный фильтр.

Идентификацию и количественный расчет пиков кислот проводят при индивидуальных максимумах сопоставимых с временем удержания их в градуировочных растворах. Рабочие градуировочные растворы органических кислот готовят для одновременного построения четырех градуировочных зависимостей по четырем точкам от меньшей к большей массовой концентрации определяемой кислоты из основных растворов соответствующей группы (А и Б). Рабочие растворы органических кислот готовят непосредственно перед проведением измерений.

---

<sup>1</sup> ГОСТ 32771-2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. –С. 3.

Приготовление градуировочных растворов группы А (винная, лимонная, яблочная кислоты) осуществляется следующим способом:

– 1,25 г органической кислоты растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. Массовая концентрация – 5,0 г/дм<sup>3</sup>;

– 125 см<sup>3</sup> раствора № 1А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 2,5 г/дм<sup>3</sup>;

– 40 см<sup>3</sup> раствора № 2А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 1,0 г/дм<sup>3</sup>;

– 20 см<sup>3</sup> раствора № 3А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 0,2 г/дм<sup>3</sup><sup>1</sup>.

Приготовление градуировочных растворов группы Б (щавелевая, янтарная кислоты) осуществляется следующим способом:

– 0,25 г кислоты растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 1,0 г/дм<sup>3</sup>;

– 125 см<sup>3</sup> раствора № 1Б помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 0,5 г/дм<sup>3</sup>;

– 50 см<sup>3</sup> раствора № 2Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 0,25 г/дм<sup>3</sup>;

---

<sup>1</sup> ГОСТ 32771-2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. –С. 5.

– 20 см<sup>3</sup> раствора № 3Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация – 0,05 г/дм<sup>3</sup>.

Построение градуировочной характеристики и обработку хроматограмм выполнили в соответствии с программным обеспечением «ChemStation LC 3D» Вер. А. 10.02, установленным на компьютере для хроматографа Agilent 1100 Series HPLC. Для установления градуировочной характеристики в инжектор хроматографа ввели с помощью микрошприца по 10 мм каждого приготовленного градуировочного раствора. После чего градуировочную характеристику, вычисленную методом наименьших квадратов, считают приемлемой, если значение квадрата коэффициента корреляции для каждой кислоты составляет не менее 0,990<sup>1</sup>.

Пробоподготовка: Представленную на исследование соковую или винную продукцию перемешивают и отбирают аликвоту 10 см<sup>3</sup>, которую затем центрифугируют в течении 10 минут. После осветленную жидкость отделяют от осадка и фильтруют с помощью одноразовых фильтрующих патронов с фторопластовыми мембранными фильтрами с размером пор не более 0,5 мкм, а затем анализируют при указанных ниже условиях.

Условия проведения хроматографических измерений: колонка «Eclipse XDB C<sub>18</sub>» 4,6x150 мм с размером частиц 5 мкм; элюент – фосфатный буферный раствор; режим элюирования – изократический; температура колонки – 40 °с; длина волны спектрофотометрического детектора – 210 нм; объем пробы – 5 мкм<sup>3</sup>; скорость потока подачи элюента – 1.000 см<sup>3</sup>/мин.

Перед проведением измерений хроматографическую систему кондиционируют подвижной фазой до установления стабильной базовой линии. На рис. 3.1., 3.2. и 3.3. представлены хроматограммы образцов соков «Фруктовый сад Яблоко», «Моя Семья Виноград» и «4 сезона Апельсин».

---

<sup>1</sup> ГОСТ 32771-2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. – С. 7.



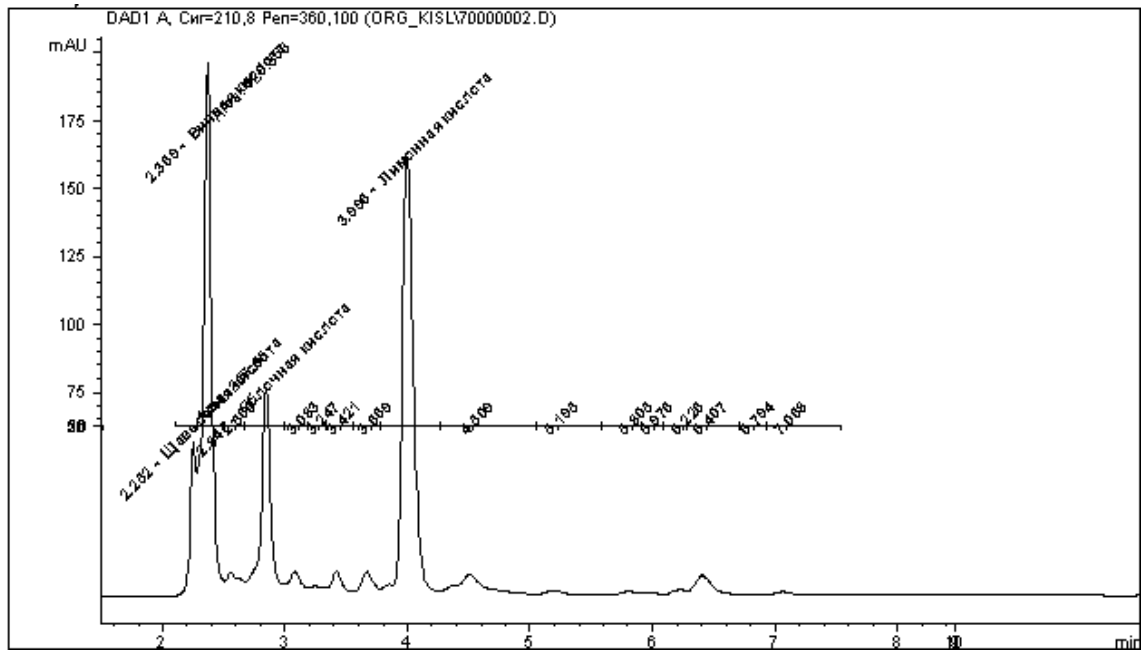


Рис. 3.1. Хроматограмма сока «Моя Семья Виноград»:  
щавелевая кислота – 0,332 мг/мл, винная кислота – 1,750 мг/мл,  
яблочная кислота – 1,721 мг/мл, лимонная кислота – 3,271 мг/мл.

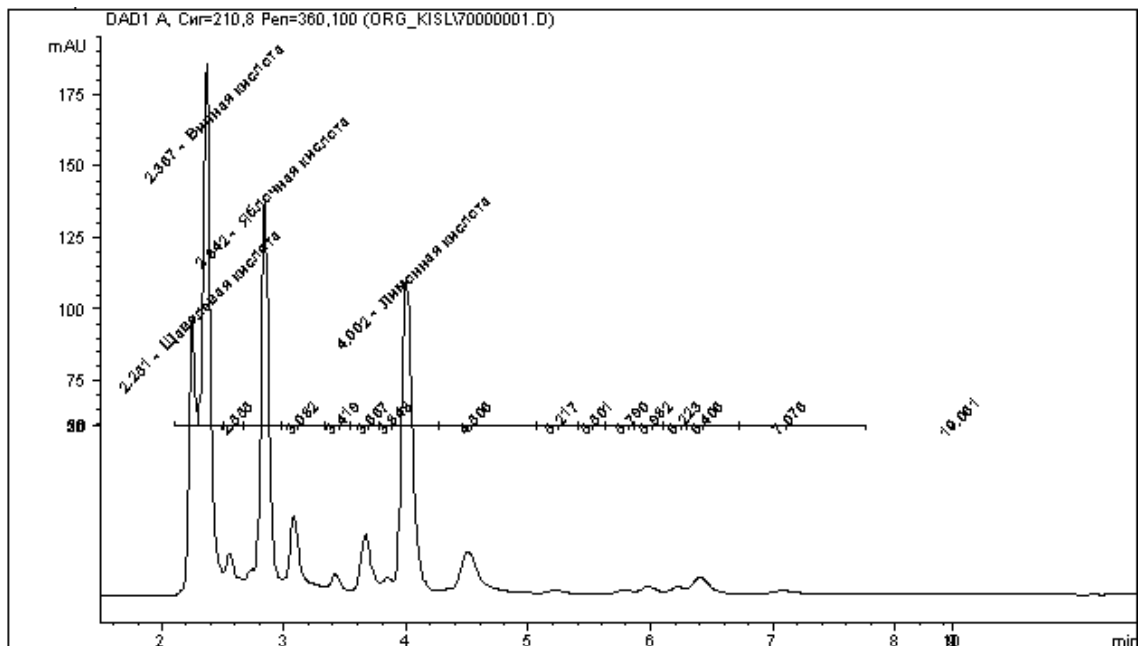


Рис. 3.2. Хроматограмма сока «Фруктовый сад Яблоко»:  
щавелевая кислота – 0,613 мг/мл, винная кислота – 1,700 мг/мл,  
яблочная кислота – 2,784 мг/мл, лимонная кислота – 2,215 мг/мл.

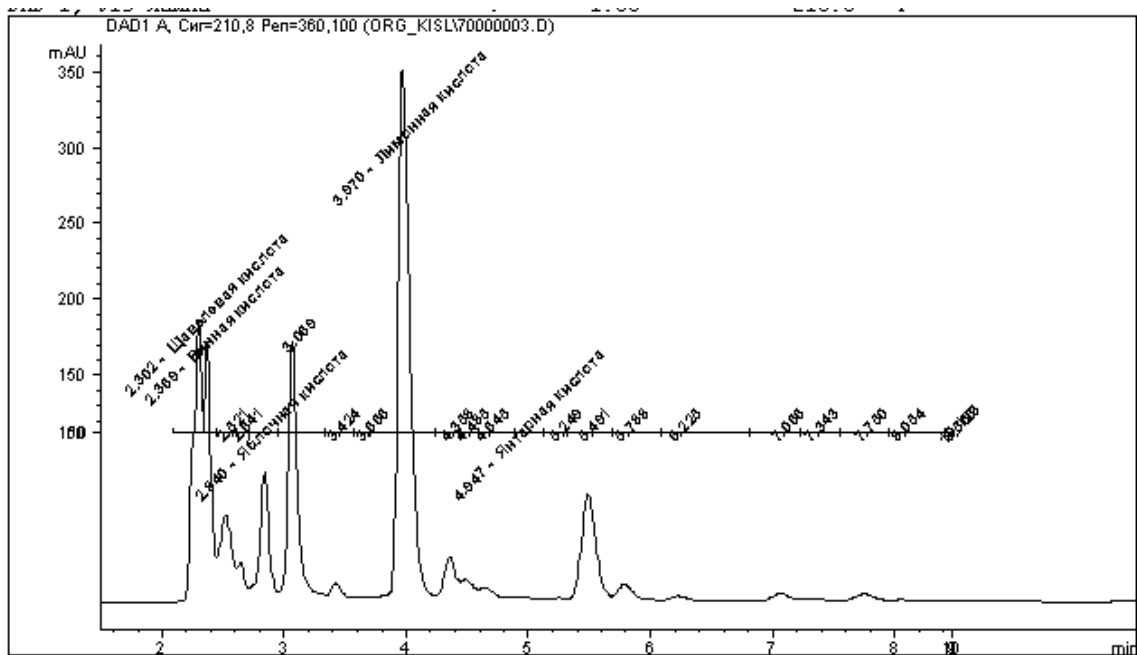


Рис. 3.3. Хроматограмма сока «4 сезона Апельсин»:

щавелевая кислота – 1,763 мг/мл, винная кислота – 1,726 мг/мл,  
яблочная кислота – 1,536 мг/мл, лимонная кислота – 7,599 мг/мл,  
янтарная кислота – 0,223 мг/мл.

Как видно из представленных хроматограмм, исследуемые образцы с наименованием «Фруктовый сад» Яблоко, «Моя Семья Виноград» содержат в своем составе винную, яблочную и янтарную кислоты, что свидетельствует о натуральности исследуемых продуктов. А образец сока с наименованием «4 сезона Апельсин» содержит в составе помимо лимонной кислоты – винную и яблочную, что свидетельствует о разбавлении образца яблочным соком.

Для определения комплекса органических кислот при исследовании образцов вин «Palestro Lambrusco Emilia IGT Rosso Amabile», «Mateus Rose», «J.P. Chenet», «Chateau Erken», «Toro de Oro Tinto Semi-Dulce» и «Изабелла» была использована методика ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии» и получены хроматограммы представленных на рисунках 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8 и 3.9.

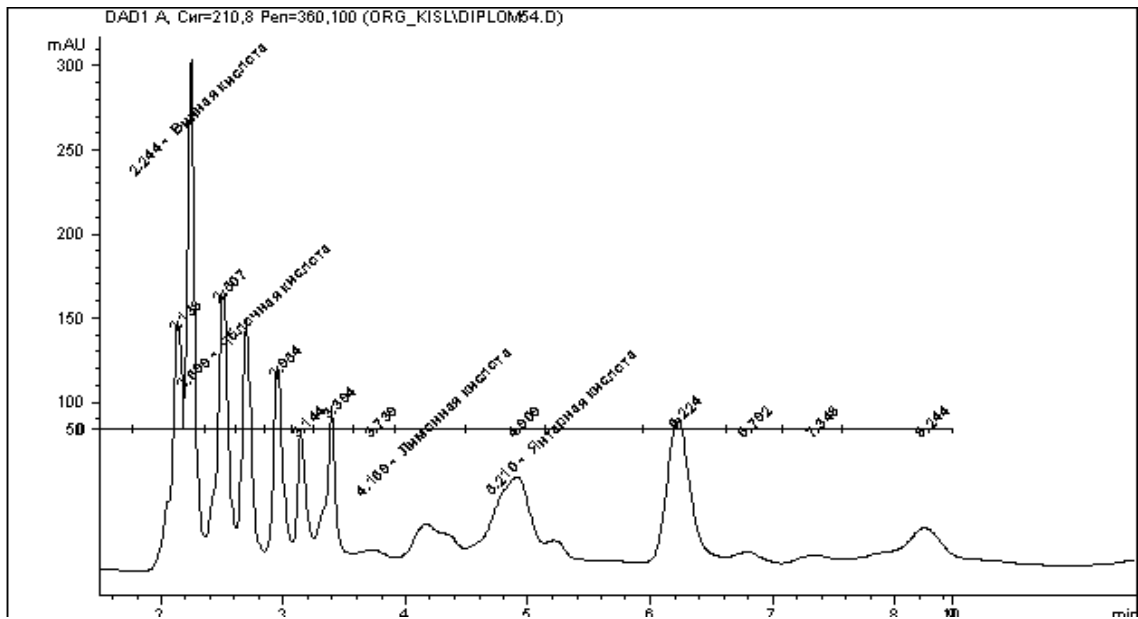


Рис. 3.4. Хроматограмма вина «Palestro Lambrusco Emilia IGT Rosso Amabile»: винная кислота – 3,068 мг/мл, яблочная кислота – 3,396 мг/мл, лимонная кислота – 1,963 мг/мл, янтарная кислота – 2,386 мг/мл.

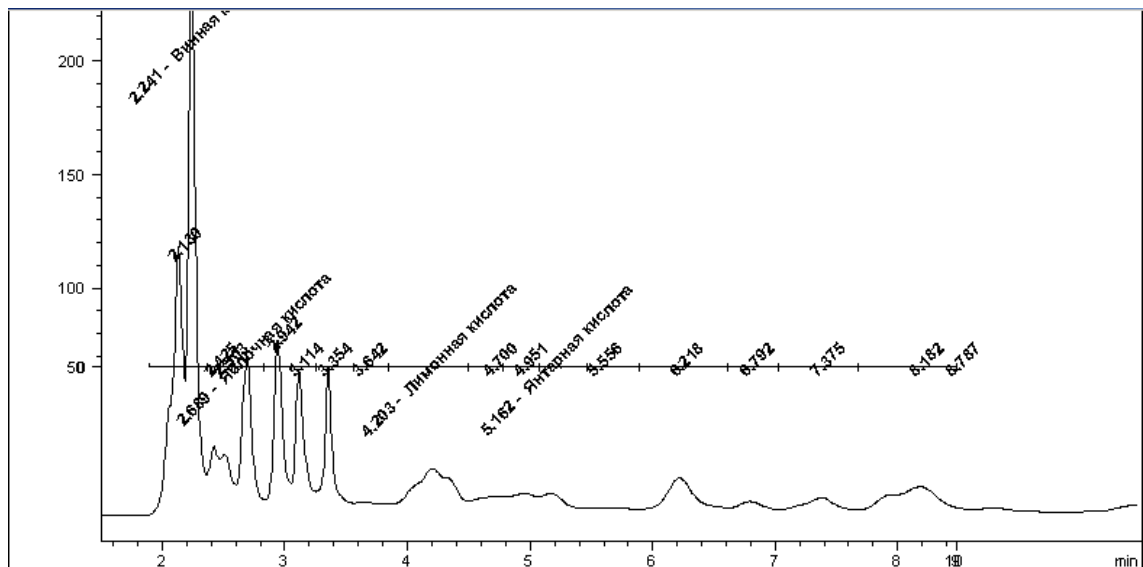


Рис. 3.5. Хроматограмма вина «Mateus Rose»: винная кислота – 2,298 мг/мл, яблочная кислота – 1,654 мг/мл, лимонная кислота – 1,491 мг/мл, янтарная кислота – 0,899 мг/мл.

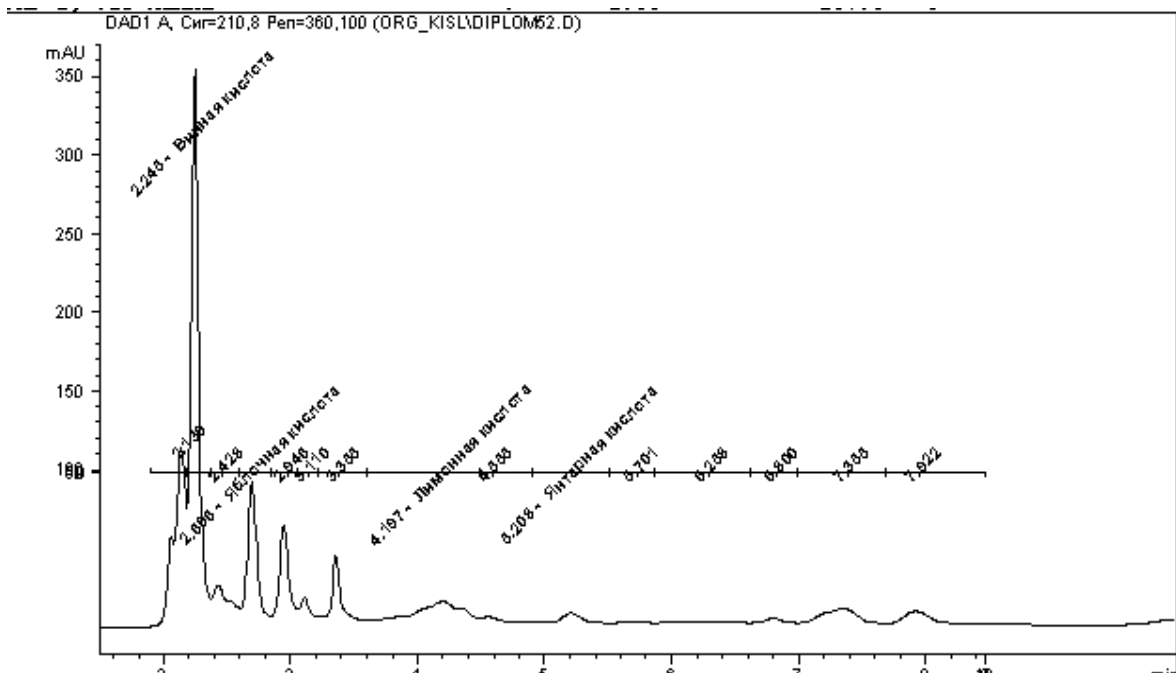


Рис. 3.6. Хроматограмма вина «J.P. Chenet»:

винная кислота – 3,45 мг/мл, яблочная кислота – 2,03 мг/мл,

лимонная кислота – 1,493 мг/мл, янтарная кислота – 0,962 мг/мл.

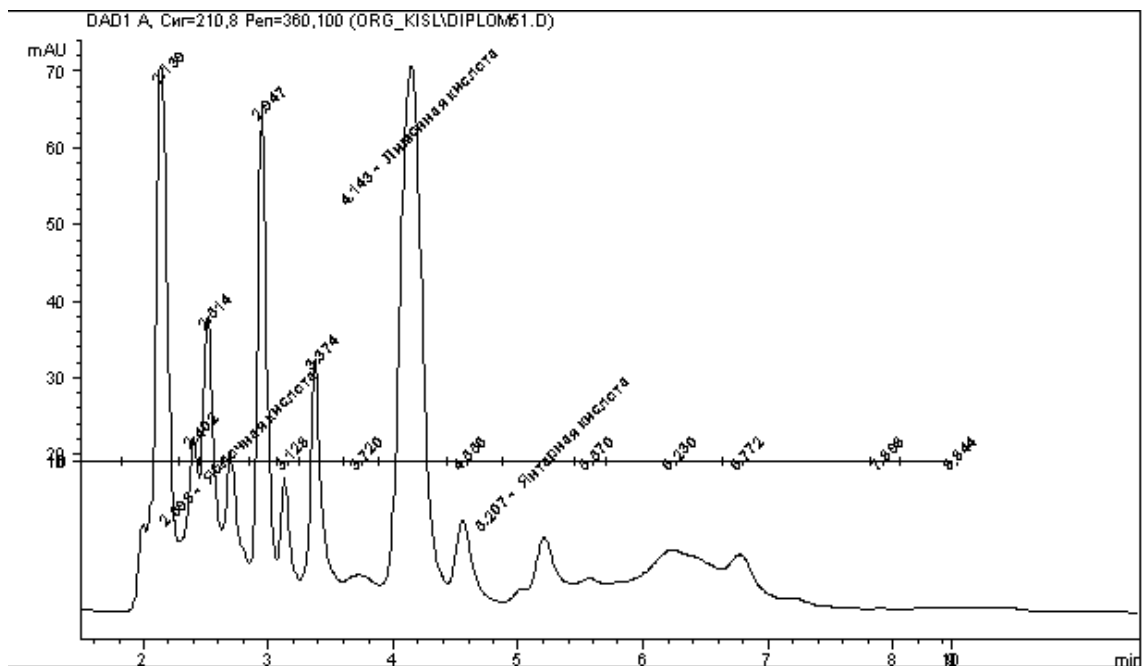


Рис. 3.7. Хроматограмма вина «Toro de Oro Tinto Semi-Dulce»:

винная кислота – 0 мг/мл, яблочная кислота – 0,572 мг/мл,

лимонная кислота – 2,838 мг/мл, янтарная кислота – 0,961 мг/мл.

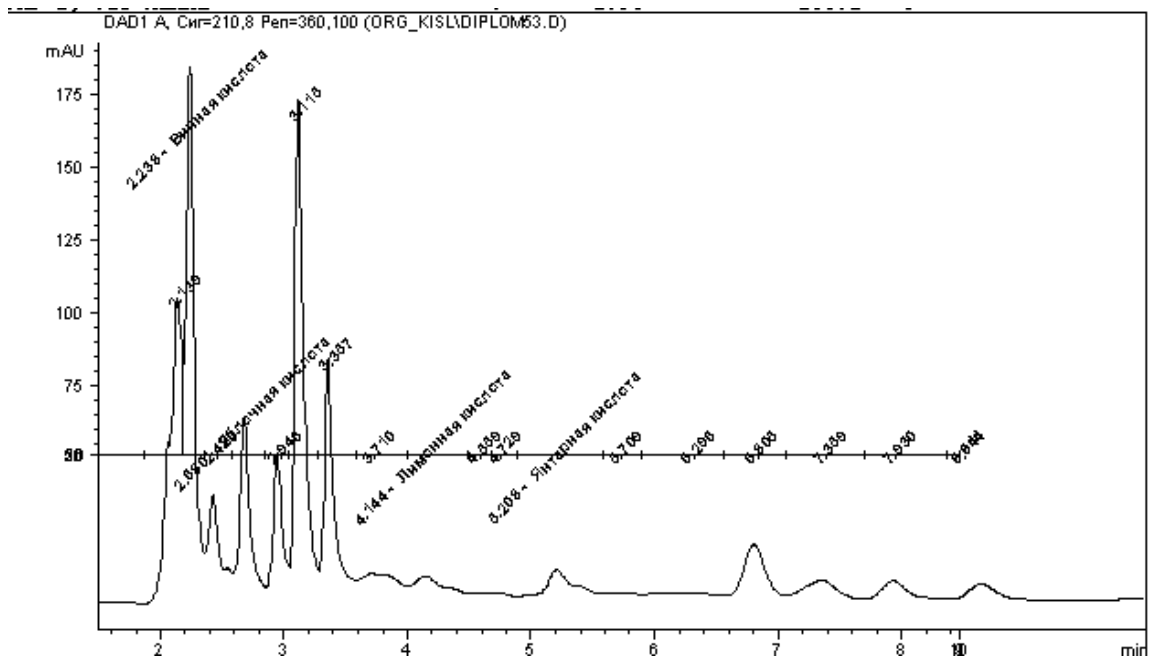


Рис. 3.8. Хроматограмма вина «Chateau Erken»:  
 винная кислота – 1,999 мг/мл, яблочная кислота – 1,536 мг/мл,  
 лимонная кислота – 0,582 мг/мл, янтарная кислота – 1,469 мг/мл.

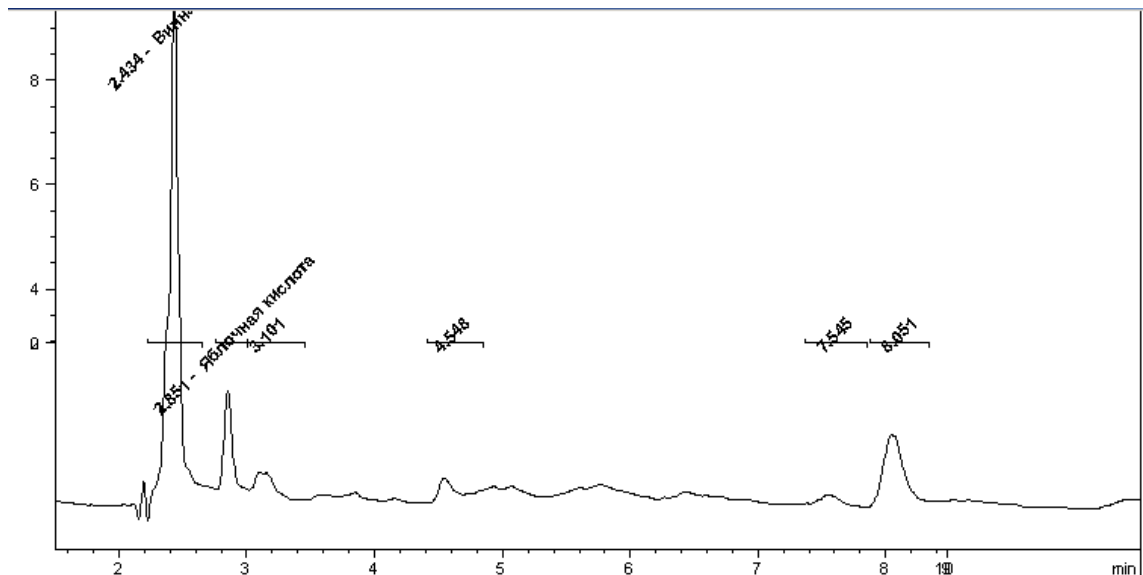


Рис. 3.9. Хроматограмма вина «Изабелла»:  
 винная кислота – 5,520 мг/мл, яблочная кислота – 2,741 мг/мл.

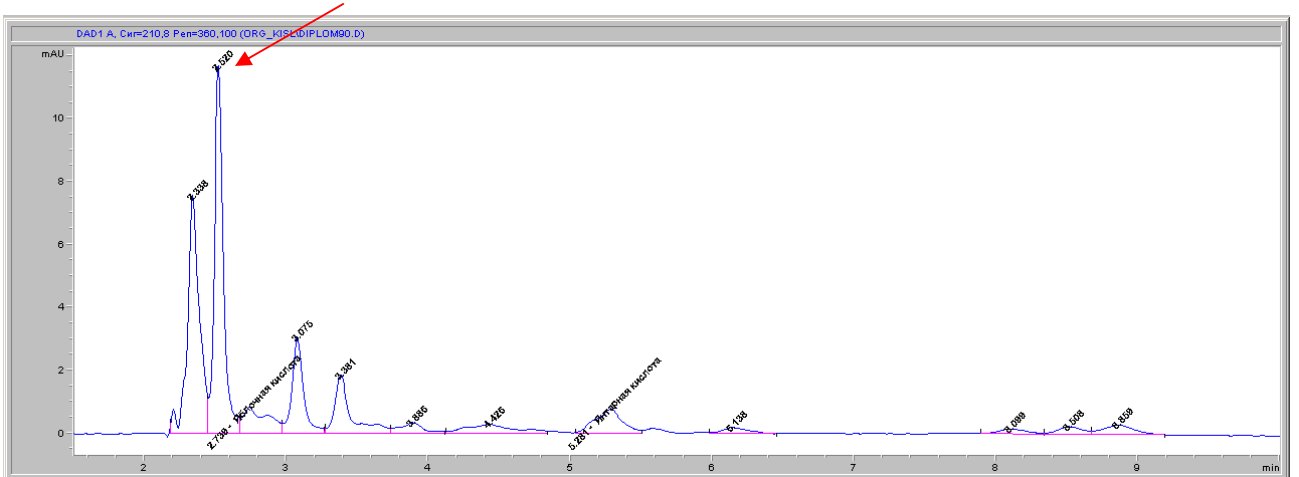
Как видно из представленных хроматограмм исследуемые образцы вин с наименованиями «Palestro Lambrusco Emilia IGT Rosso Amabile», «Mateus Rose», «J.P. Chenet» и «Chateau Erken» содержат в своем составе винную, яблочную и янтарную кислоту, а содержание лимонной кислоты в их составах не превышает значения указанного в ГОСТ 32030-2013 «Вина столовые и виноматериалы столовые. Общие технические условия»<sup>1</sup>, что свидетельствует о натуральности исследуемых вин.

Образец вина с наименованием «Toro de Oro Tinto Semi-Dulce» не содержит в своем составе винной кислоты, а содержание лимонной кислоты превышает допустимые значения в 2,8 раза, указанного в ГОСТ, а образец вина с наименованием «Изабелла» не содержит в своем составе лимонную и янтарную кислоты, что позволяет сделать вывод о фальсификации исследуемых образцов.

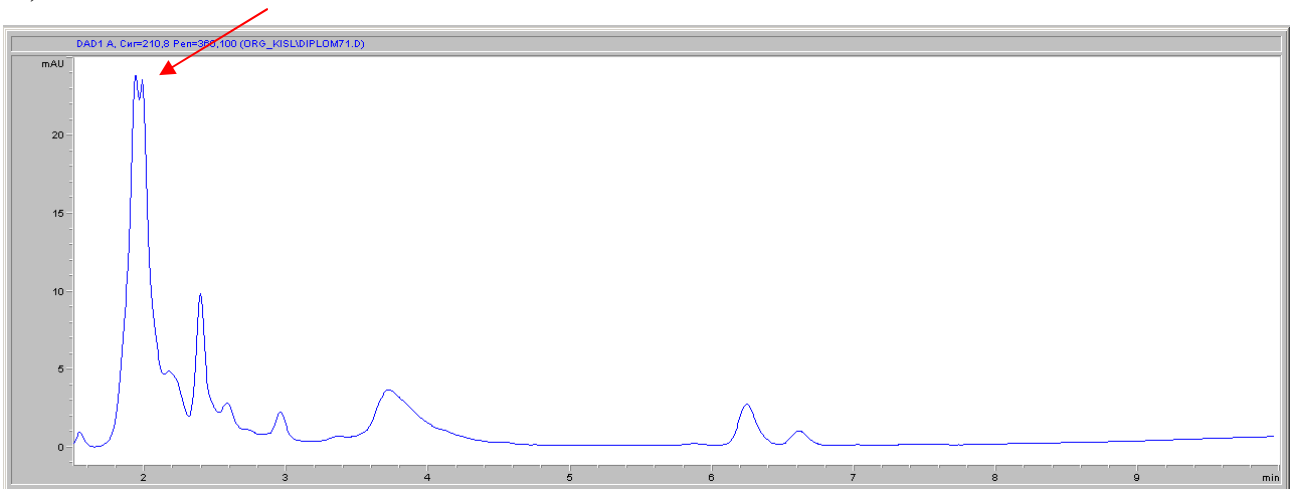
Нами так же установлено, что при применении градиентной высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием в качестве подвижной фазы фосфатного буферного раствора и ацетонитрила (в соотношении 75:25) и температурой колонки – 40 °С, при определении органических кислот, разделение пиков на хроматограммах происходит менее четко (полно), чем с фосфатным буфером и температурой колонки – 25,5 °С со сходными условиями проведения хроматографических измерений (рис. 3.10).

---

<sup>1</sup> ГОСТ 32030-2013 «Вина столовые и виноматериалы столовые. Общие технические условия» / М.: Стандартинформ, 2014. – С. 5.



а)



б)

Рис. 3.10. Хроматограммы полученные при анализе вина «Жан поль Шане» при разбавлении в 50 раз: а) с использованием фосфатного буферного раствора и ацетонитрила; б) с использованием только фосфатного буферного раствора.

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии подходит для широкого определения качественного и количественного состава продукта, является наиболее доступным и эффективным методом разделения соединений во многих объектах благодаря широким возможностям в выборе условий анализа и большому числу способов детектирования, а также сопоставимой с методами капиллярного электрофореза эффективности разделения. Анализ литературных и полученных нами экспериментальных

данных показывает, что применение метода ВЭЖХ позволит расширить возможности анализа компонентного состава соков и вин.

Таким образом, на основании проведённого исследования, установлена практическая возможность рекомендовать метод высокоэффективной жидкостной хроматографии исследования комплекса органических кислот в соковой продукции для проведения экспертиз столовых и плодовых вин, а оптимизированная хроматографическая методика определения кислот в соках и винах может уменьшить время проводимых исследований, а также повысить уровень и качество судебно–пищевой экспертизы соков и вин.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной дипломной работе подробно изучены теоретические основы пищевой экспертизы напитков, их классификация, технология производства, свойства соков и вин, а также их фальсификацию и способы её выявления, описаны методы определения комплекса органических кислот в соках и винах, апробирована методика определения содержания органических кислот в образцах соков и вин методом ВЭЖХ.

После изучения и подробного рассмотрения данных вопросов можно сделать следующие выводы по исследуемому материалу.

Пищевая экспертиза напитков – это исследование, проводимое лицами, обладающими специальными знаниями и навыками, с целью установления состава и технологии изготовления исследуемых жидкостей, необходимое для установления фактических данных о событии преступления. Современный словарь определяет напитком всякую специально приготовленную жидкость, предназначенную для питья. Все напитки можно разделить на алкогольные и безалкогольные.

Соком именуется жидкий пищевой продукт, полученный из съедобных частей качественных, спелых, свежих либо сохраненных свежими плодов, посредством физического воздействия и, который согласно с особенностями способа получения соков из соответствующих фруктов (овощей), оставлены характерные для них пищевая ценность, органолептические и физико-химические свойства. В соках возможно нахождение добавленных натуральных концентрированных ароматобразующих фруктовых веществ, фруктовой или овощной мякоти, фруктового (овощного) пюре, клеток цитрусовых, которые были произведены из одноименных фруктов посредством физического воздействия. Смешанный сок производят посредством смешивания двух и более различных соков, либо из соков и фруктовых или овощных пюре. В зависимости от способов обработки и

производства различают соки следующих видов: прямого отжима, свежеотжатый, восстановленный, концентрированный, диффузионный.

Вином называется алкогольный напиток (крепость натуральных – от 9 до 16 % об., креплёных – от 16 до 22 % об.), получаемый полным или частичным спиртовым брожением виноградного или плодово–ягодного сока (иногда с добавлением спирта и других веществ). При всем многообразии вин, их можно классифицировать по следующим принципам: по способу производства, по содержанию спирта и сахара, в зависимости от качества и сроков выдержки, в зависимости от цвета и содержания углекислого газа.

Производители прибегают к более усложнённой имитации натурального продукта, применяя различные способы фальсификаций: добавление инвертного сахарного сиропа; разбавлением водой; использование другого дешевого сырья; использование неполного объема дорогостоящих компонентов; использование нестандартного сырья или полуфабрикатов, претерпевших микробиологическую с целью сокрытия истинного качества, без указания на маркировке.

Для выявления фальсифицированных вин, а также для определения способа фальсификации используют газовую хроматографию. Достоинствами газовой хроматографии являются: универсальность, высокая чувствительность, легкость аппаратного оформления, малый размер пробы, высокая точность анализа. Ограничения метода газовой хроматографии: невозможность разделения и анализа смесей нелетучих соединений, осложнения при разделении и анализе термически нестабильных соединений, невозможность разделения и анализа соединений, способных к диссоциации в анализируемых растворах.

В последние годы особенно широкое применение в вопросе исследования напитков получила жидкостная хроматография. Популярность хроматографии как метода количественного анализа объясняется совмещением сразу двух процессов – разделения смеси веществ и

количественного определения разделенных в колонке индивидуальных веществ. К достоинствам высокоэффективной хроматографии можно отнести: высокая скорость проведения анализа, четкость разделения компонентов, высокая чувствительность метода, зависящая от применяемого детектора, позволяет без предварительной обработки количественно определить содержание нескольких компонентов в образце, высокая степень автоматизации разделения и обработки полученной информации. К недостаткам относятся дорогостоящее оборудование, требуется высококвалифицированный персонал.

Тонкослойная хроматография один из наиболее простых и эффективных методов разделения микроколичеств сложных многокомпонентных смесей неорганических и органических веществ. К достоинствам тонкослойной хроматографии можно отнести следующие: экспрессность, универсальность – предоставляет возможность разделения многих образцов и многомерного элюирования при различных условиях, простота техники ТСХ, наглядность и информативность, простота оборудования.

Широкое применение при идентификации спиртных напитков получил метод ядерно-магнитно-резонансной спектроскопии. Наличие или отсутствие органических кислот в пробе, а также их количественное содержание и соотношение также возможно с применением современного метода капиллярного электрофореза.

В работе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии определен комплекс органических кислот в некоторых образцах столовых вин и соков, реализуемые в торговой сети г. Белгорода и имеющиеся в коллекции ЭКЦ УМВД РФ по Белгородской области в соответствии с методикой ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии».

Установлено: образцы сока с наименованием «Фруктовый сад Яблоко», «Моя Семья Виноград» содержат в своем составе винную, яблочную и янтарную кислоту, что свидетельствует о натуральности исследуемых продуктов, а образец сока «4 сезона Апельсин» содержит в своем составе помимо лимонной кислоты – винную и яблочную, что свидетельствует о разбавлении образца яблочным соком; образцы вин с наименованием «Palestro Lambrusco Emilia IGT Rosso Amabile», «Mateus Rose», «J.P. Chenet» и «Chateau Erken» содержат в своем составе винную, яблочную и янтарную кислоту, а содержание лимонной кислоты не превышает значения указанного в ГОСТ, что свидетельствует о натуральности исследуемого продукта; образец вина с наименованием «Toro de Oro Tinto Semi-Dulce» не содержит в своем составе винной кислоты, а содержание лимонной кислоты превышает допустимые значения; образец вина с наименованием «Изабелла» не содержит в своем составе лимонную, янтарную кислоты, что свидетельствует о фальсификации исследуемых образцов.

На основании проведенного исследования показана возможность использования методики ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии» при определении комплекса органических кислот в столовых и плодовых винах.

Выполненная нами оптимизация параметров и условий хроматографирования указанных в методике ГОСТ позволила уменьшить время исследований и повысить уровень и качество проведения судебно-пищевой экспертизы соков и вин.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

### 1. Нормативные источники:

1. Конституция Российской Федерации (принята всенародным голосованием 12 декабря 1993) (с учетом поправок, внесенных Законами РФ о поправках к Конституции РФ от 30.12.2008 №6-ФКЗ, от 30.12.2008 №7-ФКЗ, от 05.02.2014 № 2-ФКЗ, от 21.07.2014 № 11-ФКЗ) // Правовая справочно-информационная система «Консультант плюс».
2. Уголовно-процессуальный кодекс Российской Федерации от 18 декабря 2001 г. №174-ФЗ (ред. от 23.04.2018) (с изм. и доп., вступ. в силу с 01.06.2018) // Правовая справочно-информационная система «Консультант плюс».
3. Федеральный закон N 73-ФЗ «О государственной судебно-экспертной деятельности в Российской Федерации» от 31 мая 2001 г. (ред. от 23.04.2018) // Правовая справочно-информационная система «Консультант плюс».
4. Федеральный закон № 29 «О качестве и безопасности пищевых продуктов» от 2 января 2000 г. (ред. от 23.04.2018) // Правовая справочно-информационная система «Консультант плюс».
5. Указ Президента РФ № 120 «Об утверждении Доктрины продовольственной безопасности Российской Федерации» от 30 января 2010 г. (ред. от 23.04.2018) // Правовая справочно-информационная система «Консультант плюс».
6. ГОСТ Р 32103–2013 «Консервы. Продукция соковая. Соки фруктовые и фруктово–овощные восстановленные. Общие технические условия». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. – 22 с.

7. ГОСТ 32771–2014 «Продукция соковая. Определение органических кислот методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии». – М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. – 31 с.

8. ГОСТ 32030–2013 «Вина столовые и виноматериалы столовые. Общие технические условия» от 1 июля 2014 г.– М.: ФГУП Стандартиформ. 2018. – 38 с.

## **2. Научная, учебная и учебно-методическая литература:**

9. Агабадьянец Г.Г. Химико-технологический контроль виноделия. / Г.Г. Агабадьянец – М.: пищевая промышленность, 2000. – 456 с.

10. Анисимович, И.П. Определение кислотности некоторых плодов, соков и прохладительных напитков / И.П. Анисимович, Р. Отман, Л.А. Дейнека, Л.В. Волощенко // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия: Естественные науки, 2011. - Выпуск № 9-2. – Т.15. – 256 с.

11. Барсукова, С.Ю. Рынок соков: прошлое, настоящее, будущее / С.Ю. Барсукова // ЭКО, 2012. - №12. – 118 с.

12. Бурьян Н.И., Тюрина Л.В. Микробиология виноделия. / Н.И. Бурьян, Н.И. Тюрина – М.: пищевая промышленность, 1999. – 166 с.

13. Вакарчук Л.Т. Технология переработки винограда / Л.Т. Вакарчук - М.: Агропроииздат, 2001 – 567 с.

14. Валуйко Г.Г. Технология виноградных вин / Г.Г. Валуйко – Симферополь: Таврида, 2001 – 624 с.

15. Вандер, М.Б. Криминалистическая экспертиза материалов, веществ, изделий / М.Б. Вандер. – СПб.: Питер, 2001. – 128 с.

16. Верновский Э.А., Дженева С.Ю. Технология вин / Э.А. Верновский, С.Ю. Дженева. – М.: Колос, 1994. – 312 с.

17. Вытовтов А.А. Товароведческая экспертиза качества виноградных вин контролируемых наименований / А.А. Вытовтов. – СПб: Питер, 2005 – 648 с.
18. Гейсс Ф. Основы тонкослойной хроматографии. / Ф. Гейсс. -М.: Мир, 1999. - 405 с.
19. Гельман, Н.Э. Методы количественного органического элементного микроанализа. / Н.Э. Гельман, Е.А. Терентьева, Г.М. Шанина, Л.М. Кипаренко, В. Резл. – М.: Химия, 2007. – 295 с.
20. Глазунов А.И., Церуну И.Н. Технология вин и коньяков / А.И. Глазунов, И.Н. Церуну. – М.: Агропромиздат, 2001. – 456 с.
21. Донченко Л.В. Безопасность пищевой продукции/ Л.В. Донченко – М.: ДеЛи, 2007. – 539 с.
22. Елизаров Л.Г. Экспертиза качества виноградных вин. Методическое руководство/ Л.Г. Елизаров – М.: Московская высшая школа экспертизы, 2001. – 144 с.
23. Елизарова, Л. Г. Алкогольные напитки / Л.Г. Елизарова, М.А. Николаева. – М.: Экономика, 2000. – 174 с.
24. Елисеев М.Н. Товароведение и экспертиза вкусовых товаров/ М.Н. Елисеев – М.: Центр, 2006. – 801 с.
25. Ермолаева, Г.А. Повышение стойкости напитков. / Г.А.Ермолаева // Пиво и напитки, 2002. - №3. – 77 с.
26. Жданова Т.М. Вино/Т.М. Жданова – М.: ТЕРРА, 1997. – 168 с.
27. Жигалов А.Н. Пищевые достоинства алкогольных напитков. / А.Н. Жигалов - М.: ТЕРРА, 2004. – 210 с.
28. Иванов М.Г. Мир вина / М.Г. Иванов – Смоленск: Русич. 2001. – 510 с.
29. Иванов, Ю. Г. Крепкоалкогольные напитки. – Смоленск: Русич, 1999. – 512 с.

30. Иванова Л.В. Домашнее виноделие / Л.В. Иванова – Смоленск: Русич. 2005. – 45 с.
31. Киселева, Т.Ф. Исследование структуры рынка соков, нектаров и сокосодержащих напитков в РФ / Т.Ф. Киселева, А.А. Маслов // Практический маркетинг, 2012. – №12. – 37 с.
32. Кишковский, З. Н. Технология вина / З. Н. Кишковский, А. А. Мержаниан. – М.: Легкая и пищевая пром-сть, 2004. – 504 с.
33. Коробкина, З.В. Товароведение вкусовых товаров / З.В. Коробкина. – М.: Экономика, 2006. – 326 с.
34. Маркетинговые исследования. Анализ рынка соков и нектаров в России в 2010-2015 гг. прогноз на 2016-2020 гг. // BusinesStat. 2014. –126 с.
35. Маюрникова, Я. А. Формирование качества и товароведные характеристики безалкогольных напитков лечебно-профилактического назначения. Дисс. д-ра техн. наук. Росс. экон. академия им. Г. В. Плеханова. – М.: 2001. – 389 с.
36. Николаева, М. А. Идентификация и фальсификация пищевых продуктов: Товарн. справ. / М. А. Николаева, Д. С. Лычников, А. Н. Неверов. – М.: Экономика, 2006. – 108 с.
37. Пехтева Н.Т. Экспертиза алкогольных напитков / Н.Т. Пехтева – Белгород: Кооперативное образование, 2007. – 127 с.
38. Поздняковский В.М., Помозова В.А. Экспертиза напитков. Качество и безопасность/ В.М. Поздняковский, В.А. Помозова – Новосибирск: Сиб.унив, 2007 – 407 с.
39. Позняковский, В. М. Пищевые и биологически активные добавки/В. М. Позняковский, А. Н. Австриевских, А. А. Вековцев. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва-Кемерово: Издательское объединение «Российские университеты», 2005. – 275 с.
40. Покровский, В. И. Политика здорового питания. Федеральный и региональные уровни / В. И. Покровский, Г. А. Романенко, В. А. Княжев, Н.



Г. Онищенко, В. А. Тутельян, В. М. Позняковский. – Новосибирск: Сиб. унив. изд-во, 2002. – 344 с.

41. Помозова, В.А. Производство слабоалкогольных напитков: теоретические и практические аспекты. – Кемерово: Кузбассвуиздат, 2002. – 152 с.

42. Помозова, В.А. Производство кваса и безалкогольных напитков. – М.: Легкая и пищевая пром-сть, 2006. – 192 с.

43. Попов, Л.М. Показатели качества концентрированных плодово-ягодных соков / Л.М. Попов, О.В. Голуб, С.Н. Кравченко // Пиво и напитки, 2005. – №5. – 142 с.

44. Простосердов Н.Н. Виноградные вина и их диетические свойства/ Н.Н. Простосердов - М.: Пищепромиздат, 1997. – 54 с.

45. Сарафанова, Л.А. Посторонние вещества и пищевые добавки в продуктах. 6-е изд., исп. и доп. – М.: Санкт–Петербург, ГИОРД, 2005. – 200 с.

46. Рудаков, О.Б. Спутник хроматографиста. Методы жидкостной хроматографии / О.Б. Рудаков, И.А. Востров, С.В. Федоров. – Воронеж: «Водолей». 2004. – 528 с.

47. Рудольф, В.В. Производство безалкогольных напитков / В.В. Рудольф, П.М. Яшкова, А.В. Орешко. – М.: Профессия. Санкт-Петербург, 2000. – 356 с.

48. Савенко В.Г. Основы криминалистической экспертизы материалов, веществ и изделий / В.Г. Савенко. - М.: ЭКЦ МВД России, 1993. – 320 с.

49. Савенко В.Г., Дротьев В.М., Чибисова М.В., Скоробогатова Н.Н., Щербакова Н.Б., Мокроусов А.А., Воронцова Е.Н., Хапкин Л.Е., Куликов А.А., Шилов А.Д. «Исследование спиртосодержащих жидкостей инструментальными методами» Сборник методик. - М.: ЭКЦ МВД России, 2011. – 122 с.

50. Савицкий, А.Н. Комплексное экспресс-исследование напитков

домашней выработки: Методические рекомендации. / А.Н. Савицкий, Т.Ф. Бельцова. – М.: ВНИИ МВД СССР, 1989. – 65 с.

51. Самойлов, А.В. Использование молекулярного исследования для выявления примесей во фруктовых соках и мультисоках / А.В. Самойлов, Е.Ю. Колпаков // Сборник статей по материалам XXVI международной научно-практической конференции «Технические науки – от теории к практике» № 9 (22). – Новосибирск: Изд. «СибАК». 2013. – 168 с.

52. Самсонова, А.Н. Фруктовые и овощные соки / А.Н. Самсонова, В.Б. Ушева. – М: Пищевая промышленность, 2012. – 389 с.

53. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов». – СанПиН 2.3.2.1078-01.

54. Саришвили, Г. Сборник основных правил, технологических инструкций и нормативных материалов по производству безалкогольной продукции / Под ред. академика РАСХНН. Г. Саришвили. – М.: Пищепромиздат, 2000. – 275 с.

55. Саркисов, Г.И. Основные тенденции развития рынка безалкогольных напитков в РФ / Г.И. Саркисов, Л.А. Оганесянц // Пищевая промышленность, 2013. – №8. – 247 с.

56. Скрыпников Ю.Г. Производство вин / Ю.Г. Скрыпников – Мичуринск: МичГАУ, 2007 – 299 с.

57. Спиричев, В. Б. Обогащение пищевых продуктов витаминами и минеральными веществами. Наука и технология/В. Б. Спиричев, Л. Н. Шатнюк, В. М. Позняковский; под общ. ред. В. Б. Спиричева. – Новосибирск: Сиб. унив. изд-во, 2004. – 548 с.

58. Справочник по виноделию / Под ред. Г.Г. Валуйко, Косюры В.Т. – М.: Симферополь, Таврида. 2000 – 624 с.

59. Тринеева, О.В. Сорбционные и хроматографические процессы / О.В. Тринеева, И.И. Сафонова, Е.Ф. Сафонова, А.И. Сливкин. – Воронеж:

ВГУ, 2013. – Т.13. – Вып. 6. – 896 с.

60. Фетман Г.И. Технология продуктов брожения / Г.И. Фетман – М.: Высшая школа, 2008. – 343 с.

61. Фролов-Багреев, А.М. Химия вина. / А.М. Фролов-Багреев. – М.: Пищевая промышленность, 2002. – 215 с.

62. Фуркевич В.В. Фальсификация вин и способы ее выявления. // Сад, виноград и вино Украины. №3, 4, 2001 – 33 с.

63. Химический состав российских пищевых продуктов: Справочник / Под ред. И. М. Скурихина, В. А. Тутелья. – М.: ДеЛи принт, 2002. – 236 с.

64. Холмберг, К. Поверхностно-активные вещества и полимеры в водных растворах / К. Холмберг, Б. Йёнссон, Б. Кронберг, Б. Линдман; Пер. с англ. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2007. – 528 с.

65. Цапалова, И.Э. Экспертиза продуктов переработки плодов и овощей: Учеб.-справ. пособие / И.Э. Цапалова, Л.А. Маюрникова, В.М. Позняковский, Е.Н. Степанова. Новосибирск: Сиб. Унив., 2007. – 285 с.

66. Церевитинов, Ф.В. Химия и товароведение свежих плодов и овощей. / Ф.В. Церевитинов. – М.: Новый агроном, 2005. – 456 с.

67. Чепурная, И.П. Товароведение и экспертиза вкусовых товаров / И.П. Чепурной. – М.: Издательско: «Маркетинг», 2002. – 404 с.

68. Шатнюк, Л.Н. Соки и напитки как источники витаминов в питании человека / Л.Н. Шатнюк, В.Б. Спиричев / Вопросы питания, 2005. №2. – 35 с.

69. Шобингер, У. Фруктовые и овощные соки: научные основы и технологии / У. Шобингер – СПб: Профессия, 2004. – 698 с.

70. Шольц Е.П. Технология переработки винограда/ Е.П. Шольц. – М.: Агропромиздат, 1990. – 447 с.

71. Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А. Я. Газовая хроматография. – М., 2009. – 528 с.