НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ ПО ПРОДОВОЛЬСТВИЮ»

СОГЛАСОВАНО
И.о.заместителя директора
по науке БелГИМ
_____ **Л.А.Коломиец**
“_____”_____2007 г.

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор РУП
«Научно-практический центр
Национальной академии наук
Беларуси по продовольствию»
_____ **З.В.Ловкис**
«28» 03 2007 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО ЭКСТРАКТА В КОНЬЯКАХ И КОНЬЯЧНЫХ СПИРТАХ И ПРИВЕДЕННОГО ЭКСТРАКТА В КОНЬЯКАХ

Методика выполнения измерений

МВИ МН 2669-2007

2007

gost.e-ecolog.ru

1 Область применения

Настоящая методика выполнения измерений устанавливает метод определения содержания общего экстракта в коньяках и коньячных спиртах и приведенного экстракта в коньяках.

Диапазон измерений массовой концентрации общего экстракта в коньяках и коньячных спиртах от 0,5 до 20 г/дм^3. Предел измерения массовой концентрации общего экстракта 0,2 г/дм^3.

Диапазон измерений массовой концентрации приведенного экстракта в коньяках от 0,5 до 4,20 г/дм^3. Предел измерения массовой концентрации приведенного экстракта 0,2 г/дм^3.

Методика обеспечивает получение достоверных результатов измерений при принятой доверительной вероятности Р = 0,95 в указанном диапазоне измерений концентраций. Метрологические характеристики методики представлены в табл.1 и табл.2.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности при доверительной вероятности Р=0,95

Определяемый показатель (компонент)	Диапазон измерений (массовая концентрация), г/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости) σ_r, % отн.	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, % отн.	Показатель правильности (границы, в которых находится систематическая погрешность методики) $\pm\Delta_c$, % отн.	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики) $\pm\Delta$, % отн.
1.Общий экстракт	0,5-20,0	1,6	2,5	0,11	2,2
2.Приведенный экстракт	0,5-4,20	1,8	2,9	3,3	4,1

Таблица 2 - Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0,95

Определяемый показатель (компонент)	Диапазон измерений (массовая концентрация), г/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, % отн.	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, % отн.
1.Общий экстракт	0,5-20,0	4,5	7,0
2.Приведенный экстракт	0,5-4,20	5,1	7,9

В случае получения результатов, выходящих за пределы диапазона измерений, допускается разбавление или концентрирование пробы.

Белорусский государственный институт метрологии
Отдел научно-информатики и нормативной документации

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике выполнения измерений использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее ТНПА):

СТБ 1384-2003	Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб.
ГОСТ 450-77	Кальций хлористый технический. Технические условия
ГОСТ 3145-84	Часы механические с сигнальным устройством Общие технические условия
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.
ГОСТ 13192-73	Вина, виноматериалы и коньяки. Метод определения сахаров
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28498-90	Термометры жидкостные стеклянные Общие технические требования. Методы испытаний

3 Принцип метода

Метод основан на определении содержания общего экстракта путем измерения массы нелетучих веществ коньяков и коньячных спиртов после высушивания пробы досуха.

По разнице значений величин общего экстракта и сахара вычисляют массовую концентрацию приведенного экстракта в коньяках. Содержание сахара определяется титриметрическим методом по ГОСТ 13192.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы.

- весы лабораторные ВЛР-200 общего назначения, класс II, с наибольшим пределом взвешивания 200 г- по ГОСТ 24104,
- электрошкаф с терморегулятором, который обеспечивает создание и поддержание температуры (105 ± 2) °С;
- эксикатор 2-190 или 2-250 - по ГОСТ 25336;
- баня водяная;
- кальций хлористый технический прокаленный - по ГОСТ 450 или другие осушители;

Отдел научно-технической информации и нормативной документации

- пипетки с одной отметкой вместимостью 50, 100 $см^3$ - по ГОСТ 29169;

- чашка фарфоровая № 3 – по ГОСТ 9147;

- щипцы с резиновыми наконечниками;

- термометр тип А, с диапазоном измеряемых температур от 100 до 200 °С и ценой деления шкалы 2 °С - по ГОСТ 28498;

- часы - по ГОСТ 3145.

Допускается использование иных средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов по ТНПА с техническими и метрологическими характеристиками, не ниже указанных.

5 Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- температура воздуха при приготовлении растворов и выполнении измерений – (20 ± 5) °С;

- атмосферное давление – 84,0 – 106,7 кПа;

- относительная влажность воздуха – 65 ± 15 %;

6 Требования безопасности

При проведении измерений необходимо соблюдать требования инструкций по технике безопасности, действующие в лаборатории и требования следующих документов:

«Основные правила безопасной работы в химических лабораториях» М.: Химия, -1979 г.

«Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок», Изд.-2е, перераб. и доп., М. Энергоатомиздат, 1986г.

«Общие правила пожарной безопасности Республики Беларусь для общественных зданий и сооружений. ППБ 1.04-2002».

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование по профилю выполняемых работ, опыт работы в химической лаборатории, изучившие требования безопасности и настоящую методику.

8 Подготовка к выполнению измерений

Подготовка сушильного шкафа и водяной бани производится согласно эксплуатационной документации на них. Перед включением в сеть баню

наливают дистиллированную воду на 2-3 $см^3$ ниже краев бани. Воду в бане нагревают до кипения и поддерживают постоянную температуру в течение всего времени нагревания.

8.1 Определение массы пустой фарфоровой чашки

Фарфоровую чашку помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре от (105 ± 2) °С в течение 1-2 ч. Переносят чашку в эксикатор с хлористым кальцием для охлаждения не менее чем на 30 мин, после чего взвешивают.

Массу пустой чашки определяют высушиванием до постоянного веса. Высушивание прекращают, когда снижение массы 3-х наблюдений не будет превышать 0,005 г.

8.2 Отбор проб

Отбор проб коньяков и коньячных спиртов производят в соответствии с СТБ 1384.

9 Выполнение измерений

В фарфоровую чашку с помощью пипетки вносят 100 $см^3$ образца, выпаривают на бане досуха и высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течении 4-6 ч. Чашку с экстрактом переносят в эксикатор для охлаждения не менее чем на 30 мин, после чего ее взвешивают. Высушивание образцов ведут до получения разности между двумя последующими взвешиваниями не более 0,005 г.

Результаты взвешивания определяют до четвертого десятичного знака после запятой.

10 Обработка результатов

Массовую концентрацию общего экстракта *(X)* в граммах на дециметр кубический (г/$дм^3$), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m - m_1)}{V} * 1000 \quad , \qquad (1)$$

где:

m – масса чашки с экстрактом после высушивания, в граммах (г);

m_1 – масса пустой чашки, в граммах (г);

V — объем коньяка или коньячного спирта, взятый на определение, $см^3$;

1000 – коэффициент пересчета на один дециметр кубический (1 $дм^3$);

Вычисления проводят до третьего десятичного знака после запятой.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до второго знака после запятой, допускаемое расхождение между которыми удовлетворяет следующему требованию:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 * \overline{X} * r \quad , \qquad (2)$$

где:

X_1 и X_2 - массовые концентрации общего экстракта, полученные в параллельных определениях в условиях повторяемости, г/дм^3;

$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение двух параллельных определений массовых концентраций общего экстракта, г/дм^3;

r – предел повторяемости, % отн. (табл. 2);

В случае невыполнения условия (2) анализ повторяют.

Массовую концентрацию сахаров (*B*) определяют по ГОСТ 13192-73 «Вина, виноматериалы и коньяки. Методы определения сахаров» п.1 методом Бертрана.

Допускаемое абсолютное расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 0,011 г/100 см^3 при массовой концентрации сахара до 1 г/100 см^3. Допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 1,2 % при массовой концентрации сахара 1 г/100 см^3 и более. Вычисления проводят до третьего десятичного знака после запятой.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и округляют его до второго десятичного знака после запятой.

Массовую концентрацию приведенного экстракта (X_I) в граммах на дециметр кубический (г/дм^3) вычисляют по формуле:

$$X_I = X - 10 * B \, , \qquad (3)$$

где:

X – массовая концентрация общего экстракта, в граммах на дециметр кубический (г/дм^3);

B – массовая концентрация сахаров, в граммах на сто сантиметров кубических (г/100 см^3);

- *10* – коэффициент для пересчета на 1 дм^3.

Вычисления проводят до второго десятичного знака после запятой.

За окончательный результат измерения приведенного экстракта принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, рассчитанное до третьего десятичного знака после запятой и округленное до

второго десятичного знака после запятой, допускаемое расхождение между которыми удовлетворяет следующему требованию:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 * \overline{X} * r \quad , \qquad (4)$$

где:

X_1 и X_2 - массовые концентрации приведенного экстракта, полученные в параллельных определениях в условиях повторяемости, г/дм^3;

$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение двух параллельных определений массовых концентраций приведенного экстракта, г/дм^3;

r – предел повторяемости, % отн. (табл. 2);

В случае невыполнения условия (4) анализ повторяют.

11 Оформление результатов

Результат измерений представляется в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \qquad (5)$$

где:

$\overline{X}$ - среднее значение результата измерений, г/дм^3;

Δ - показатель точности (погрешность) методики выполнения измерений, % отн.(табл.1).

Если измеренное значение меньше предела измерения методики, то производится односторонняя оценка результата измерений

$$\overline{X} < L \qquad (6)$$

где:

$\overline{X}$ - среднее значение результата измерений, г/дм^3;

L - предел измерения методики.

12 Контроль точности получаемых результатов испытаний

Контроль показателей качества методики выполнения измерений включает контроль стабильности результатов измерений на соответствие установленным нормативам контроля.

Контроль стабильности результатов измерений общего экстракта осуществляется на основе контроля прецизионности (повторяемости, воспроизводимости) и точности (погрешности).

Контроль стабильности результатов измерений приведенного экстракта осуществляется на основе контроля повторяемости и воспроизводимости.

Процедура контроля выполнения измерения осуществляется по п.п. 12.1-12.3 настоящей методики выполнения измерений.



12.1 Контроль повторяемости

Контроль повторяемости результатов измерений общего и приведенного экстракта осуществляется при каждом выполнении измерений рабочих проб коньяка и коньячного спирта по п. 10.

12.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости)

Контроль внутрилабораторной воспроизводимости общего и приведенного экстракта проводят на рабочих пробах, которые анализируют по п. 9, п. 10 методики выполнения измерений. В работе участвуют 2 аналитика, измерения выполняют в разное время.

Воспроизводимость признают удовлетворительной, при выполнении условия

$$|\overline{\partial}_{I} - \overline{\partial}_{II}| \leq 0{,}01 * \overline{\overline{\partial}} * R \qquad (7)$$

где:

R – предел воспроизводимости общего (приведенного) экстракта (табл.1), % отн.;

$\overline{\partial}_{I}$ и $\overline{\partial}_{II}$ – значения массовых концентраций общего (приведенного) экстракта, полученных в условиях повторяемости, г/дм^3;

$\overline{\overline{\partial}} = |\overline{\partial}_{I} + \overline{\partial}_{II}|/2$ – среднеарифметическое значение $\overline{\partial}_{I}$ и $\overline{\partial}_{II}$.

В случае нарушения данного условия, анализ повторяют. При повторном нарушении выясняют причины некорректных результатов контроля и их устраняют.

12.2 Контроль точности

Контроль точности результатов анализа общего экстракта осуществляют на рабочих пробах и пробах с добавками. Содержание общего экстракта в пробе с добавкой не должно превышать диапазона измерений, установленного МВИ.

Первоначально определяют содержание общего экстракта в рабочей пробе ($\overline{\partial}_{р}$), затем - в рабочей пробе с добавкой ($\overline{\partial}_{р+д}$). В качестве добавки используют экстракт того же образца. Для этого в чашку с сухим экстрактом, полученным в результате анализа, вносят 100 см^3 рабочей пробы и проводят анализ по п. 9 настоящей методики.

Точность результатов измерений признают удовлетворительной при выполнении следующего условия:

$$|\overline{\partial}_{р+д} - \overline{\partial}_{р} - C_{д}| \leq 0{,}01 * 1{,}41 * \overline{\partial}_{р} * \Delta \qquad (8)$$

Отдел научно-технической информации и нормативной документации

где:

Δ - показатель точности (погрешность) методики выполнения измерений, % отн. (табл.1);

$\overline{X}_р$ – измеренное содержание общего экстракта в рабочем образце, г/дм^3;

$\overline{X}_{р+д}$ – измеренное содержание общего экстракта в образце с добавкой, г/дм^3;

$C_д$ – величина добавки, равная $\overline{X}_р$, г/дм^3.

В случае невыполнения данного условия, анализ повторяют. При повторном нарушении выясняют причины некорректных результатов контроля и их устраняют.

Методика разработана лабораторией испытания и исследования продукции и сырья РУП «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию».

Разработчики:
Начальник лаборатории, к.с/х наук И.М.Почицкая
Старший научный сотрудник В.Л. Рослик
Старший научный сотрудник О.Е.Саблина
Старший научный сотрудник Т.В.Горбачева
Младший научный сотрудник М.В.Силич
Инженер-химик Т.Н.Еремич

gost.e-ecolog.ru