НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ

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

СОГЛАСОВАНО
И.о. заместителя директора
по науке РУП «НПЦ НАН
Т.А. Коломиец
«30» 03 2007 г.

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗНАЧЕНИЙ ОПТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ В КОНЬЯКАХ И КОНЬЯЧНЫХ СПИРТАХ

Методика выполнения измерений

МВИ. МН 2668-2007

2007

gost.e-ecolog.ru

1 Область применения

Настоящая методика выполнения измерений устанавливает метод определения значений оптической плотности коньяков и коньячных спиртов.

Диапазон измерений значений оптической плотности от 0,1 до 1,0 ед. опт. плотности. Предел измерения значений оптической плотности 0,05 ед. опт. плотности.

Методика обеспечивает получение достоверных результатов измерений при принятой доверительной вероятности P = 0,95 в указанном диапазоне измерений.

Метрологические характеристики методики

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

Определяемый показатель, D	Диапазон измерений, ед. опт. плотности	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.
Оптическая плотность	0,1-1,0	1,0	1,50	$0{,}55 \cdot 10^{D}$	$7{,}48D^2 - 3{,}83D + 1{,}8$

Примечание: Показатель точности может определяться по формуле или графически по приложению А.

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

Определяемый показатель, D	Диапазон измерений, ед.опт.плотности	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r, % отн.	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, % отн.
Оптическая плотность	0,1-1,0	3,40	4,10

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 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

Белорусский государственный институт метрологии
Отдел научно-технической информации и нормативной документации

3 Принцип метода

Метод основан на измерении значений оптической плотности коньяков и коньячных спиртов на фотометре фотоэлектрическом.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

- фотометр фотоэлектрический КФК-3-01 или другой прибор, обеспечивающий измерения в области спектра с λ=440 нм, по действующему ТНПА;
- кювета с рабочей длиной 5 мм, с крышкой;
- фильтры обеззоленные по ТНПА;
- вода дистиллированная - по ГОСТ 6709.

Допускается использование иных средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов по ТНПА с техническими 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.-2-е, 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.

Отдел научно-технической информации и нормативной документации
3

8 Отбор проб

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

9 Выполнение измерений

9.1 Подготовка испытуемой пробы

Если коньяк или коньячный спирт прозрачные, пробу хорошо перемешивают. При наличии в коньке или коньячном спирте мути или осадка, пробу фильтруют при температуре (20±5) ^{0}С.

В кювету заливают пробу, закрывают крышкой и измеряют оптическую плотность при длине волны λ=440 нм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. Измерение оптической плотности производят 3 раза. Результаты измерения записывают до трех значащих цифр после запятой.

10 Обработка результатов

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

$$\left| X_{max} - X_{min} \right| \leq 0{,}01 * \overline{O}_{ср} * r, \qquad \textbf{(1)}$$

где:

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

X_{max} и X_{min} – максимальное и минимальное значения результатов измерений оптической плотности в каждой параллельной пробе;

$\overline{O}$ – среднее значение трех результатов измерений.

В случае нарушения условия (1) анализ повторяют.

11 Оформление результатов

Результат измерений представляется в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \qquad (2)$$

где:

$\overline{X}$ - среднее значение результата измерений;

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

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

$$\overline{X} < L \qquad (3)$$

где:

$\overline{X}$ - среднее значение результата измерений;

L - предел измерения методики.

Белорусский государственный институт метрологии
Отдел научно-технической информации и нормативной документации

12 Контроль точности получаемых результатов испытаний

Внутренний контроль показателей качества МВИ включает контроль стабильности результатов измерений на соответствие установленным нормативам контроля.

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

Процедура контроля выполнения измерения осуществляется по п.п. 12.1-12.2 настоящей методики выполнения измерений.

12.1 Контроль повторяемости

Контроль повторяемости осуществляется при каждом выполнении измерений рабочих проб коньяка и коньячных спиртов по п.10.

12.2 Контроль воспроизводимости

При проведении контроля воспроизводимости в качестве образцов для оценивания используют рабочие пробы коньяка и коньячного спирта, которые анализируют по п.9 методики выполнения измерений. Анализ проводят, максимально варьируя условия проведения измерений (в работе участвуют два аналитика, измерения проводят в разное время, используя разные кюветы).

Внутрилабораторную воспроизводимость результатов измерений оптической плотности в образце, получаемой за контролируемый период (1 раз в месяц), признают удовлетворительной, если:

$$|\overline{X}_I - \overline{X}_{II}| \le 0{,}01 * \overline{\overline{X}} * R \qquad (4)$$

где:

R – предел воспроизводимости (табл.2), % отн.;

$\overline{X}_I$ и $\overline{X}_{II}$ – средние значения оптических плотностей трех измерений, полученных в условиях повторяемости;

$\overline{\overline{X}} = |\overline{X}_I + \overline{X}_{II}|/2$ – среднее арифметическое значение $\overline{X}_I$ и $\overline{X}_{II}$.

В случае нарушения указанного условия, анализ повторяют. При повторном нарушении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и их устраняют.

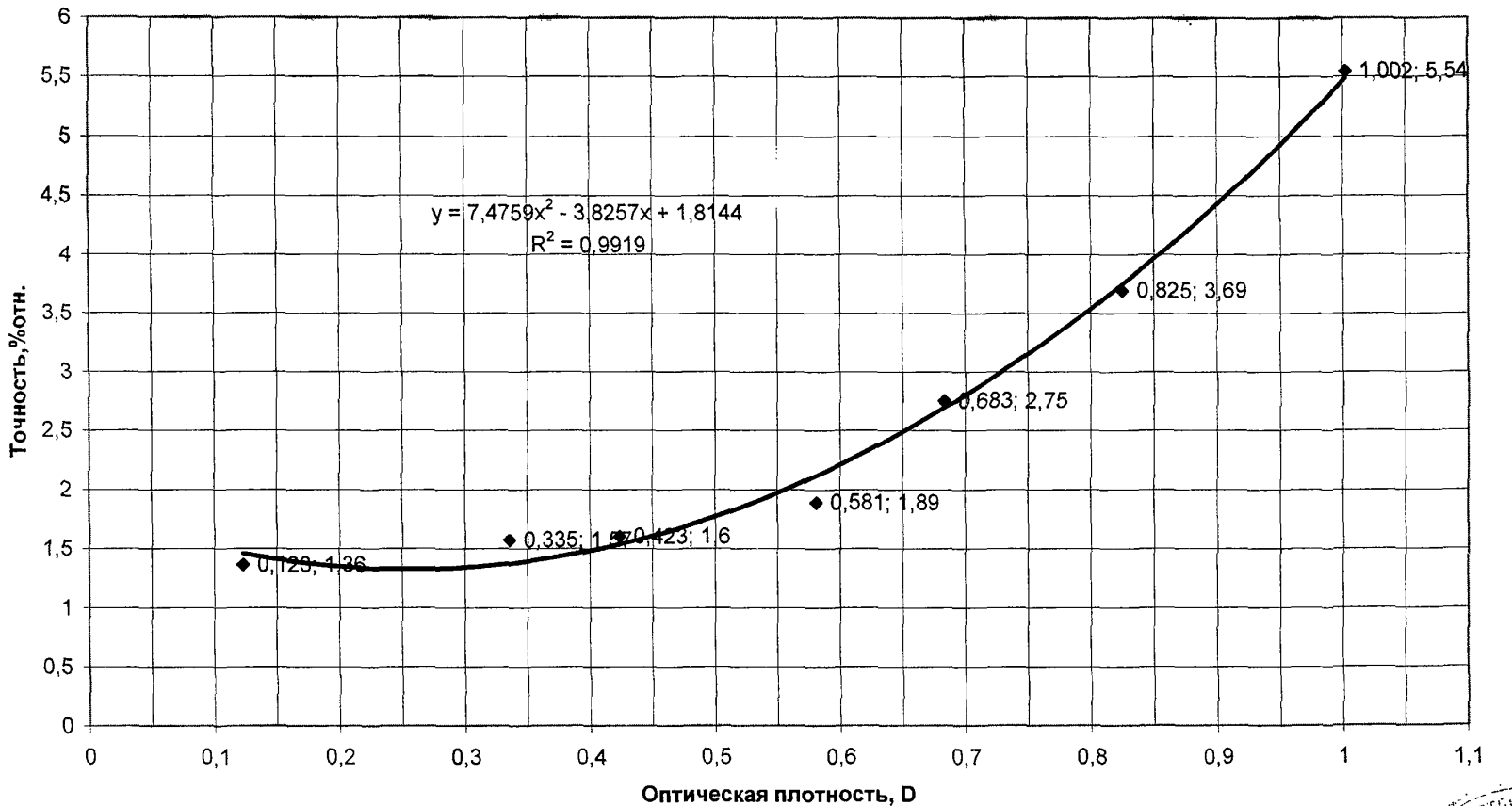
Методика разработана лабораторией испытания и исследования продукции и сырья РУП «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию».

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.Сидич
Инженер-химик	Т.Н.Еремич



Приложение А



Отдел научно-технической информации и нормативной документации

gost.e-ecolog.ru