Р 50.1.036—2002

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНЫ Государственным унитарным предприятием «Московское качество», Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова» (ФГУП «НИФХИ им. Л.Я. Карпова») Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП ВНИИМС)

ВНЕСЕНЫ Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность», Управлением продукции сельскохозяйственного производства, пищевой, легкой и химической промышленности Госстандарта России

2 ПРИНЯТЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 15 января 2002 г. № 13-ст

3 В настоящих рекомендациях реализован патент № RU-2150699 «Способ идентификации подлинности спиртосодержащих жидкостей»

4 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания на территории Российской Федерации *без разрешения Госстандарта России*

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определения 1
4 Сущность метода 2
5 Отбор проб 2
6 Условия проведения измерений 2
7 Средства измерений, материалы 3
8 Подготовка к проведению измерений 3
9 Проведение измерений 3
10 Определение подлинности продукции 3
11 Требования к точности измерений 4
12 Контроль точности измерений 4
13 Требования к квалификации персонала 4
14 Требования безопасности 4
Приложение А Пример заполнения информационной карты образца 5
Приложение Б Представление файл-паспорта образца в графическом виде 6
Приложение В Пример представления файл-паспорта образца в виде таблицы 7
Приложение Г Библиография 8

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на водки и водки особые (далее — продукция) и устанавливает спектрально-люминесцентный метод определения подлинности.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 5363—93 Водка. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

3 Определения

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **подлинность:** Соответствие продукции контрольному образцу предприятия-изготовителя.

3.2 **ненормированная интенсивность:** Абсолютное значение интенсивности люминесценции (фотоны/с), испущенной образцом.

3.3 **нормированная интенсивность** $I_{норм}$: Отношение значения интенсивности люминесценции $I(\lambda)$, измеренного на длине волны λ, к наибольшему (максимальному) значению интенсивности $I(\lambda_{макс})$ в спектре люминесценции: $I_{норм} = I(\lambda)/I(\lambda_{макс})$.

3.4 **многомерный ВИП-спектр** $I_{3D(ВИП)}$: $I_{3D(ВИП)} = I(\lambda_{исп}, \lambda_{возб}, \lambda_{проп})$ — 3D-массив спектрально-люминесцентных характеристик, сформированный из профилей интенсивности люминесценции и коэффициента пропускания света, представленных в координатах: длина волны испускания $\lambda_{исп}$ — длина волны возбуждения $\lambda_{возб}$ — длина волны пропускания $\lambda_{проп}$ — интенсивность I.

3.5 **критерий идентичности:** Величина, характеризующая тождественность анализируемого и контрольного образцов.

3.6 **достоверность идентификации:** Вероятность ошибки идентификации.

3.7 **контрольный образец:** Образец продукции с обозначением даты розлива, номера партии и предприятия-изготовителя или его файл-паспорт.

3.8 **образец сравнения:** Люминесцирующий образец, параметры которого подлежат периодической поверке в установленном порядке.

Издание официальное

4 Сущность метода

Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности продукции является информационно-аналитической технологией, в основу которой положен инструментальный метод, формирующий подробный характеристический образ анализируемого объекта [1]. Такой образ формируется в процессе взаимодействия анализируемой продукции с оптическим излучением. При этом свой вклад в это взаимодействие вносят все входящие в состав продукции компоненты, включая микропримеси, способные поглощать оптическое излучение и люминесцировать (испускать вторичные кванты оптического излучения). Результат взаимодействия регистрируют в виде многомерной матрицы, сформированной из профилей интенсивности люминесценции и коэффициента пропускания света — многомерного спектра возбуждения-испускания-пропускания (ВИП-спектра) [2]. Такой спектр индивидуален для продукции, изготовленной из одинакового сырья в идентичных технологических условиях, и является характеристическим образом, однозначно отражающим состав продукции. ВИП-спектр оформляется в виде графического или цифрового электронного документа (файл-паспорта), являющегося идентификационной характеристикой продукции.

Процедура установления подлинности продукции основана на компьютерном сопоставлении ВИП-спектров анализируемого и контрольного образцов. При этом в качестве контрольного может использоваться как образец продукции предприятия-изготовителя, так и его файл-паспорт, являющийся электронной копией контрольного образца. Процесс сопоставления состоит в вычислении матрицы мер различия C по формуле

$$C = A - B, \tag{1}$$

где A и B — ВИП-спектры контрольного и анализируемого образцов.

Элементами матрицы мер различия C являются разности значений спектрального коэффициента пропускания и интенсивности испускания исследуемого образца от соответствующих значений этих величин для контрольного образца, вычисленные для каждой точки сопоставляемых ВИП-спектров с одинаковыми волновыми координатами $\lambda_{исп}$, $\lambda_{возб}$, $\lambda_{проп}$. Количественной характеристикой, определяющей степень различия (похожести) образцов, является значение интегральной меры различия M, определяемое относительным числом точек сопоставляемых ВИП-спектров, разность значений которых превышает инструментальную ошибку. Значение M вычисляют по формуле

$$M = 1 - \frac{m}{n}, \tag{2}$$

где m — число точек, для которых разность нормированных интенсивностей и коэффициентов пропускания для сравниваемых ВИП-спектров лежит внутри доверительного интервала 2σ, где σ — дисперсия нормального распределения, определяемая статистической оценкой аппаратурной погрешности измерений значений интенсивности;

n — число точек с координатами $\lambda_{исп}$, $\lambda_{возб}$, $\lambda_{проп}$ (длина волны возбуждения, испускания и пропускания) в многомерном ВИП-спектре.

Два образца признают идентичными (тождественными), если мера различия их ВИП-спектров M находится в интервале $0 \le M \le \alpha_p$ (т. е. мера различия ВИП-спектров идентичных образцов должна быть меньше заявленного уровня значимости α_p). Уровень значимости α_p характеризует достоверность идентификации.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 5363.

6 Условия проведения измерений

При измерениях выполняют следующие условия:

температура окружающей среды, °С	от 10 до 35
относительная влажность воздуха, %	65±15
напряжение питающей сети, В	220±22
частота, Гц	50

7 Средства измерений, материалы

Спектрально-люминесцентный анализатор водок с диапазоном измерения ненормированной интенсивности люминесценции от 10^5 фотонов/с до 2×10^7 фотонов/с, с пределом допускаемого значения относительного среднеквадратичного отклонения (далее — СКО) ненормированной интенсивности люминесценции не более 2 % и пределами допустимых значений абсолютной погрешности установки длины волны ±1 нм (спектрально-люминесцентный анализатор типа СЛАП-В [3]).

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Хлопчатобумажная ткань техническая или бытовая.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовку анализатора к измерениям проводят в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора [4].

8.2 Подготовка пробы для анализа

8.2.1 Перед подготовкой пробы проверяют целостность заводской упаковки анализируемого образца.

8.2.2 Объем водки, необходимый для проведения анализа (5 $см^3$), переливают из упаковки предприятия-изготовителя в прилагаемую к анализатору чисто вымытую кварцевую кювету, предварительно дважды ополоснутую водкой из той же упаковки.

8.2.3 Перед установкой в кюветное отделение анализатора наружную поверхность кюветы тщательно протирают чистой хлопчатобумажной тканью (качество промывки и протирки поверхности кюветы может существенно влиять на точность анализа).

9 Проведение измерений

9.1 Измерения проводят в соответствии с методикой выполнения измерений [2].

9.2 Кювету с анализируемым образцом устанавливают в кюветное отделение анализатора и включают режим измерения.

9.3 Процессом измерения спектрального распределения интенсивности люминесценции и коэффициента пропускания управляет программа «измерение» электронно-вычислительного блока анализатора. По окончании измерения на экране видеомонитора должна появиться надпись «Заполните информационную карту образца».

9.4 Оператор заполняет информационную карту образца (см. приложение А) и нажатием клавиши «Enter» создает файл-паспорт исследуемого образца водки. Файл-паспорт образца представляет собой многомерный ВИП-спектр.

9.5 Результат измерения в виде файл-паспорта сохраняется на жестком магнитном носителе и может быть выведен на видеомонитор или принтер в виде трехмерного образа или контурной карты (приложение Б) либо в виде таблицы (приложение В).

Файл-паспорт образца может быть передан по электронной почте в виде присоединенного файла.

10 Определение подлинности продукции

Тождественность (идентичность) контрольного (образец предприятия-изготовителя) и идентифицируемого (образец, происхождение которого устанавливается) образцов водки устанавливают сопоставлением их файл-паспортов, полученных как описано в разделе 9. Образец водки считается подлинным, если его файл-паспорт тождествен (идентичен) файл-паспорту контрольного образца.

Для идентификации продукции клавишей «идент» вводят программу «идентификация». При этом на экране видеомонитора появляется сообщение «Введите имя файл-паспорта контрольного образца». Оператор вводит имя файл-паспорта контрольного образца и нажимает клавишу «Enter». На экране появляется сообщение «Введите имя файл-паспорта идентифицируемого образца». Оператор вводит имя файл-паспорта идентифицируемого образца и затем клавишей «Enter» запускает программу сопоставления файл-паспортов идентифицируемых образцов.

Результат определения подлинности выводится на экран видеомонитора в виде сообщения: **«Образцы тождественны»** или **«Образцы не тождественны»**.

Результат идентификации сохраняется на жестком магнитном носителе в виде текстового файла и может быть выведен на видеомонитор или принтер в виде графической иллюстрации или таблицы.

11 Требования к точности измерений

Стандартная методика [2] обеспечивает уровень значимости, характеризующий достоверность определения подлинности образцов продукции, не выше 0,005 ($\alpha_p \le 0{,}005$), что достигается при выполнении измерений ненормированной интенсивности люминесценции с погрешностью, характеризуемой относительным СКО не более 2 %.

12 Контроль точности измерений

Для внутреннего оперативного контроля точности результатов измерений не реже одного раза в месяц определяют значение СКО, обеспечиваемого аппаратурой при измерении ненормированной интенсивности люминесценции. Для этого используют программу внутреннего оперативного контроля (ВОК).

Результаты процедуры ВОК признают удовлетворительными, если полученное значение СКО не превышает 2 %.

13 Требования к квалификации персонала

К измерениям допускают специалистов с высшим или средним специальным образованием, имеющих опыт работы на персональных компьютерах.

14 Требования безопасности

14.1 При проведении измерений на спектрально-люминесцентном анализаторе следует соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

14.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004.

14.3 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

14.4 Запрещается нарушать целостность анализатора при его эксплуатации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Пример заполнения информационной карты образца

1 Наименование продукции
2 Предприятие — изготовитель продукции
3 Регион
4 Дата розлива
5 Номер идентификационной марки
6 Идентификационный номер файл-паспорта образца

Примечание — Позицию 6 информационной карты оператор не заполняет. При создании файл-паспорта образца программа, заложенная в процессор электронно-вычислительного блока анализатора, заносит в шестую строку 64-разрядный идентификационный номер, сформированный из набора значений интенсивностей многомерного спектра.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Представление файл-паспорта образца в графическом виде

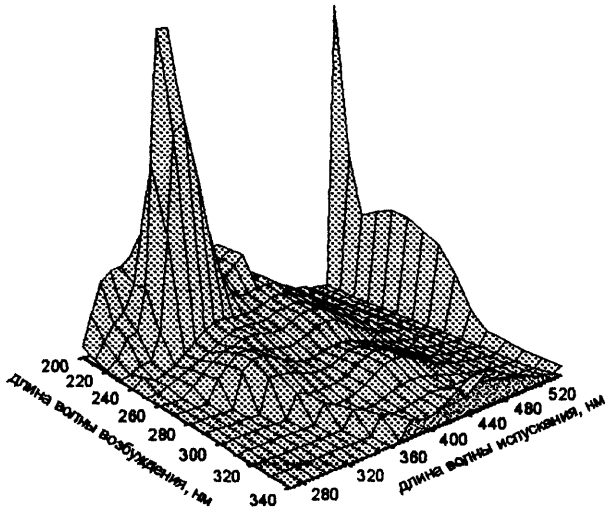


Рисунок 1 — Представление файл-паспорта образца в виде трехмерной проекции

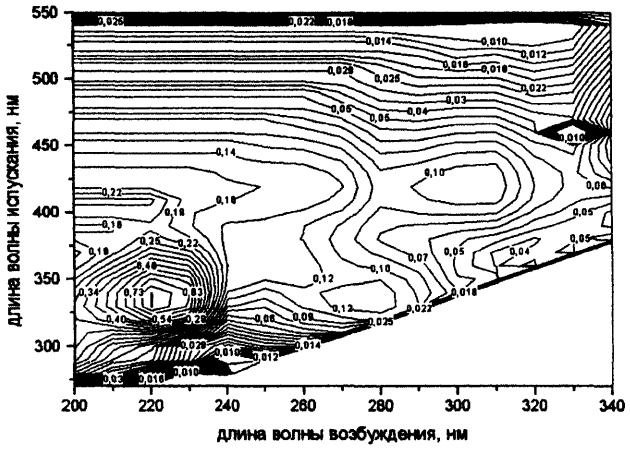


Рисунок 2 — Представление файл-паспорта образца в виде контурной карты

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Пример представления файл-паспорта образца в виде таблицы

Исп.															
270	0,033	0,017	0,007	0,002	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
280	0,129	0,066	0,034	0,009	0,027	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
290	0,224	0,115	0,089	0,028	0,006	0,010	0	0	0	0	0	0	0	0	0
300	0,258	0,145	0,104	0,031	0,017	0,025	0,027	0	0	0	0	0	0	0	0
310	0,265	0,224	0,236	0,115	0,033	0,046	0,056	0,064	0	0	0	0	0	0	0
320	0,288	0,385	0,607	0,406	0,056	0,063	0,083	0,096	0,105	0	0	0	0	0	0
330	0,303	0,510	1	0,710	0,087	0,075	0,103	0,123	0,128	0,100	0	0	0	0	0
340	0,272	0,505	0,999	0,743	0,116	0,093	0,112	0,123	0,129	0,097	0,066	0	0	0	0
350	0,218	0,405	0,752	0,585	0,130	0,117	0,123	0,111	0,116	0,092	0,055	0,053	0	0	0
360	0,169	0,279	0,495	0,398	0,136	0,128	0,128	0,103	0,096	0,080	0,052	0,039	0,052	0	0
370	0,152	0,205	0,334	0,267	0,130	0,127	0,122	0,097	0,082	0,069	0,053	0,038	0,041	0,052	0
380	0,188	0,188	0,233	0,191	0,130	0,123	0,116	0,093	0,072	0,066	0,056	0,049	0,039	0,045	0,053
390	0,182	0,182	0,207	0,162	0,133	0,129	0,117	0,098	0,075	0,072	0,069	0,065	0,050	0,042	0,039
400	0,237	0,237	0,237	0,161	0,146	0,142	0,132	0,113	0,082	0,086	0,089	0,087	0,060	0,050	0,038
410	0,261	0,261	0,261	0,170	0,160	0,150	0,148	0,130	0,090	0,098	0,106	0,106	0,070	0,056	0,049
420	0,174	0,174	0,174	0,174	0,164	0,158	0,154	0,137	0,092	0,102	0,112	0,112	0,073	0,060	0,065
430	0,173	0,173	0,173	0,173	0,153	0,148	0,147	0,131	0,088	0,095	0,107	0,108	0,071	0,060	0,087
440	0,140	0,140	0,140	0,140	0,140	0,133	0,130	0,114	0,079	0,082	0,093	0,096	0,065	0,056	0,106
450	0,131	0,131	0,131	0,131	0,131	0,115	0,111	0,096	0,067	0,069	0,078	0,079	0,057	0,050	0,112
460	0,098	0,098	0,098	0,098	0,098	0,098	0,092	0,080	0,057	0,056	0,062	0,063	0,047	0,002	0,108
470	0,086	0,086	0,086	0,086	0,086	0,086	0,075	0,064	0,047	0,045	0,049	0,049	0,038	0,035	0,096
480	0,060	0,060	0,060	0,060	0,060	0,060	0,060	0,050	0,037	0,036	0,038	0,038	0,030	0,030	0,079
490	0,052	0,052	0,052	0,052	0,052	0,052	0,052	0,039	0,030	0,028	0,029	0,029	0,023	0,025	0,063
500	0,031	0,031	0,031	0,031	0,031	0,031	0,031	0,031	0,026	0,022	0,022	0,022	0,018	0,020	0,049
510	0,028	0,028	0,028	0,028	0,028	0,028	0,028	0,028	0,022	0,018	0,016	0,017	0,014	0,016	0,038
520	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,015	0,012	0,013	0,011	0,012	0,029
530	0,013	0,013	0,013	0,013	0,013	0,013	0,013	0,013	0,013	0,011	0,010	0,009	0,009	0,010	0,022
540	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008	0,006	0,006	0,008	0,017
Проп.	1	0,5	0,3	0,33	0,35	0,34	0,31	0,28	0,2	0,1	0,05	0,04	0,03	0,03	0,03
Возб.	**200**	**210**	**220**	**230**	**240**	**250**	**260**	**270**	**280**	**290**	**300**	**310**	**320**	**330**	**340**

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)
Библиография

[1] В.В. Некрасов, Н.М. Сурин, Д.Р. Гасанов «Способ идентификации подлинности спиртосодержащих жидкостей». Патент RU 2150699 G 01 N 33/14 от 10.06.2000 г., бюл. № 16
[2] Методика выполнения измерений интенсивностей многомерных спектров спектрально-люминесцентным анализатором подлинности водки (СЛАП-В) для идентификации образцов водки. М., ФГУП «НИФХИ им. Л.Я. Карпова», 2000 г. (Свидетельство о метрологической аттестации МВИ № 36—00)
[3] Анализатор подлинности водки спектрально-люминесцентный. Сертификат об утверждении типа средств измерений RU.C.31.004.A № 9205 (Госреестр № 20682—00). М., Госстандарт России, 2000
[4] Спектрально-люминесцентный анализатор подлинности водки СЛАП-В. Техническое описание и руководство по эксплуатации. М., ФГУП «НИФХИ им. Л.Я. Карпова», 2000

УДК 663.5.001.4:006.354 ОКС 67.160.10 Н79 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: водки и водки особые, метод определения подлинности, метод измерения, анализатор СЛАП-В

Р 50.1.036—2002

Рекомендации по стандартизации

ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности

БЗ 7—2001/16

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 06.02.2002 Подписано в печать 11.03.2002. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,85.
Тираж 465 экз. Зак. 225. Изд. № 2855/4. С 4655.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru