

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«БИОМЕР»

Группа П63
ОКП 42 1540 7



УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО НПП «БИОМЕР»
А.А. Мищенко
" 07 " 02 2016г.

**Методика выполнения измерений содержания
спирта и сухих веществ в алкогольной
продукции и водноспиртовых смесях
на ультразвуковых анализаторах «Колос-1» и «Колос-2»**

МВИ.2007.06.20/ДР

НОВОСИБИРСК

2016г

2 МВИ на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

РАЗРАБОТАНА: ООО НПП «БИОМЕР»

ИСПОЛНИТЕЛИ: Селезнева Н.В., Мищенко А.А.

АТТЕСТОВАНА: ФГУП «СНИИМ», свидетельство об аттестации МВИ

№ 266-01.00249-2016

Обращаем внимание, что метрологические характеристики анализатора качества пива КОЛОС-1 указанные в других НД (тиражированных ранее), могут не совпадать с приведенными в данной МВИ как по абсолютному значению, так и по размерности, в которых они представлены.

Настоящая рекомендация не может быть издана, тиражирована и (или) распространена без разрешения ООО НПП «БИОМЕР»

СОДЕРЖАНИЕ

№ 266-01.00249-2016.....	2
1 НАЗНАЧЕНИЕ, ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....	3
И НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	3
2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ.....	5
4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ.....	6
5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И.....	7
ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА.....	7
6 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	7
6.2 Измерения проводят при отсутствии внешних электрических и магнитных полей, а также вибрации, влияющей на работу анализатора.....	7
7 ОТБОР, ХРАНЕНИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ.....	7
7.1 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ.....	7
7.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОБ.....	7
8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ.....	8
9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.....	8
10. КОНТРОЛЬ ПРЕЦИЗИОННОСТИ И ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ.....	10
11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	11

**1 НАЗНАЧЕНИЕ, ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ
И НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой доли этилового спирта и массовой доли сухих веществ в алкогольной продукции на анализаторе качества пива "Колос-1" и анализаторе спиртосодержащих напитков «Колос-2». Методика распространяется на пиво, винодельческую и ликероводочную продукцию, а также водноспиртовые смеси в любом соотношении. Методика может использоваться при производстве, приемке и контроле качества алкогольной продукции.

Диапазон измерений по данной методике:

-массовой доли спирта от 0,1 до 94%;

4 МВИ на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

- объемной доли спирта от 0,1 до 96%;
- массовой доли сухих веществ от 0,5 до 25%.
- количество сухих веществ в начальном сусле от 8,0 до 23% (для пива).

Настоящая методика предусматривает использование двух вариантов выполнения расчета определяемых показателей. Далее по тексту МВИ используются обозначения вариант 1 (2) без дополнительных пояснений.

1. В анализаторе имеется градуировка на индивидуальное изделие¹ (градуировка может быть выполнена пользователем).

2. В анализаторе имеется градуировка на определенный вид изделия² (выполняется только на заводе-изготовителе).

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы (НД):

ГОСТ Р 53094 -2008 Квасы. Общие технические условия

ГОСТ Р 51174-2009 Пиво. Общие технические условия.

ГОСТ Р 51355-99 Водки и водки особые. Общие технические условия

ГОСТ Р 52192-2003 Изделия ликероводочные. Общие технические условия

ГОСТ Р 52404-2005 Вина специальные и виноматериалы специальные. Общие технические условия

ГОСТ Р 52191-2003 Ликеры Общие технические условия

ГОСТ Р 51355-99 Водки и водки особые. Общие технические условия

ГОСТ Р 51158-2009 Вина игристые и вина игристые жемчужные. Общие технические условия.

ГОСТ Р 51652-2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

ГОСТ 12786-80 Пиво. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 1144-2009 Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 52472-2005. Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ Р 52473-2005 Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ Р 52473-2005. Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа.

ГОСТ Р 51144-98. Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа.

¹ В варианте 1 индивидуальным изделием будет являться напиток или сорт пива, выпускаемый по регламентируемой технологии, с незначительными изменениями абсолютного и относительного содержания компонентов.

² В варианте 2 видом изделия будет являться напиток или вид напитка (например - вино сухое-полусухое) выпускаемые по соответствующей технологии, с любыми показателями абсолютного и относительного содержания компонентов, которые могут иметь место при производстве данного изделия.

ГОСТ Р 51144-98. Продукты винодельческой промышленности. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 12787-81 Пиво. Методы определения спирта, действительного экстракта и расчет сухих веществ в начальном сусле

ГОСТ Р 51620-2000. Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Метод определения массовой концентрации приведенного экстракта.

ГОСТ Р 51653-2000. Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Метод определения объемной доли этилового спирта.

А также другие НД алкогольной продукции.

ГОСТ 28498-90. Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования.

ГОСТ 14919-83. Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 20680-2002. Аппараты с механическими перемешивающими устройствами. Общие технические условия

ГОСТ 24104-2001. Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82. Посуда и оборудование лабораторное стеклянное. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 6709. -72. Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026-76. Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 1770-74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Общие технические условия.

ТУ 4215-002-45455637-99. Анализатор качества пива «Колос-1».

ТУ 4215-003-45455637-10. Анализатор спиртосодержащих напитков «Колос-2».

РЭ 4215-002-45455637-99. Анализатор качества пива «Колос-1». Руководство по эксплуатации.

РЭ 4215-003-45455637-10. Анализатор спиртосодержащих напитков «Колос-2». Руководство по эксплуатации.

Показатели объемного содержания спирта и количества сухих веществ в начальном сусле, вычисляются на основании измеренных значений массовых долей спирта и экстракта, в соответствии с ГОСТ 12787-81 и ГОСТ Р 51174-98. При этом характеристики погрешностей для данных показателей рассчитываются в соответствии со значениями, полученными по указанным ГОСТам.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измерений, границы относительной погрешности результатов измерений Δ для $P=0,95$ и характеристики прецизионности (относительное стандартное отклонение воспроизводимости σ_v и относительное стандартное отклонение повторяемости σ_R) приведены в Таблице 1 и 2.

Таблица 1 (для пива).

6 МВИ на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

Показатель	Диапазон, %	Граница погрешности, $\pm\delta$, %	Стандартное отклонение повторяемости σ_r , %	Стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R , %
Массовая доля спирта	от 0,1 до 8,0	1,0	0,24	0,5
Объемная доля спирта	от 0,1 до 10,5	1,0	0,24	0,5
Массовая доля действительного экстракта	от 0,5 до 12,0	4,5	1,7	2,3
Массовая доля сухих веществ в начальном сусле	от 8,0 до 23,0	3,0	1,7	2,2

Таблица 2.

Показатель	Диапазон, %	Граница погрешности, $\pm\delta$, %	Стандартное отклонение повторяемости σ_r , %	Стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R , %
Массовая доля спирта	от 0,1 до 94,0	1,0	0,24	0,5
Объемная доля спирта	от 0,1 до 96,0	1,0	0,24	0,5
Массовая доля общего экстракта	от 0,5 до 25,0	4,5	1,7	2,3

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ.

При выполнении измерений применяются средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы и посуду, указанные в ГОСТ 12787-81, ГОСТ 12786-80, ГОСТ Р 51144-98, ГОСТ Р 51620-2000, ГОСТ Р 51653-2000, ГОСТ Р 51653-2000, ГОСТ Р 52472-2005, ГОСТ Р 52473-2005.

- анализатор качества пива «Колос-1» ТУ 4215-002-45455637-99
- анализатор спиртосодержащих напитков «Колос-2» ТУ 4215-003-45455637-10

Допускается применение другой аппаратуры и других материалов, технические и метрологические характеристики которых не ниже указанных.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Измерения выполняются методом, в основе которого лежит измерение характеристик ультразвука в дистиллированной воде и алкогольной продукции. Коэффициенты связи параметров алкогольной продукции с характеристиками ультразвука определяются на заводе-изготовителе при градуировке прибора по водноспиртовой смеси во всем диапазоне концентраций и образцам алкогольной продукции с известными значениями спирта и сухих веществ. При этом для каждого вида изделия

или индивидуального изделия выполняется отдельная градуировка. Градуировка предусматривает как наличие граничного диапазона для содержания спирта и сухих веществ, так и ограничения по способу изготовлении данного класса продукта.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

При выполнении измерений с использованием анализатора «Колос-1» или Колос-2 должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации данного прибора, а также правила по технике безопасности при работе в лаборатории. К проведению измерений и к подготовке проб допускаются лаборанты (операторы) высшей и средней квалификации, прошедшие инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть ознакомлены с руководством по эксплуатации анализатора и должны освоить данную методику.

6 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в таблице 3.

Т а б л и ц а 3

Наименование измеряемой величины	Наименование влияющей величины	Диапазон допускаемых значений
Массовая доля спирта и экстракта.	Температура окружающего воздуха	от +15°C до +25°C
	Температура измеряемого объекта	от +15°C до +25°C
	Напряжение в сети	от 187 до 250 В
	Относительная влажность воздуха	до 80% при 35°C
	Атмосферное давление	от 84 до 106 кПа

6.2 Измерения проводят при отсутствии внешних электрических и магнитных полей, а также вибрации, влияющей на работу анализатора

7 ОТБОР, ХРАНЕНИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ

7.1 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб алкогольной продукции, хранение и подготовку их к анализу и анализ проводятся по ГОСТ 12786-80 и ГОСТ 12787-81 ГОСТ Р 51144-98, ГОСТ Р 51620-2000, ГОСТ Р 51653-2000, ГОСТ Р 51653-2000, ГОСТ Р 52472-2005, ГОСТ Р 52473-2005. Консервирование проб не допускается.

7.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ПРОБ

7.2.1. Все работы с алкогольной продукцией (особенно содержащей высокие концентрации спирта) следует производить таким образом, чтобы минимизировать испарение спирта. Для этого желательно не подвергать пробы значительному нагреву, хранить их в плотно закрытой емкости, при этом объем емкости должен соответствовать объему образца.

8 МВИ на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

7.2.2. Для получения наиболее точного результата температуру алкогольной продукции в момент заливки ее в анализатор рекомендуется поддерживать на уровне комнатной $(20\pm 2)^\circ\text{C}$.

7.2.3. Напитки, насыщенные двуокисью углерода (пиво, шампанское, игристые вина, слабоалкогольные газированные напитки и т.д.) освобождают от двуокиси углерода на устройстве для встряхивания жидкостей.

Для этого 250 см^3 напитка наливают в колбу вместимостью 1000 см^3 , закрывают пробкой с отверстием для выхода газов, закрепляют в аппарате для встряхивания жидкостей и встряхивают в течение 30 мин.

Другие методы дегазации газированных напитков не рекомендуются.

7.2.4. Напитки с осадком или при наличии в напитке взвешенных частиц перед измерением и отбором проб на анализ анализатором предварительно фильтруют через слой фильтровального нетканого материала или же проводят декантацию образца от осадка.

7.2.5. Напитки с высокой вязкостью (ликеры, настойки и т.д.) при необходимости разбавляют дистиллированной водой. Коэффициент разбавления определяется критерием возможности прибора производить измерения.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

8.1 Анализатор подготавливают к работе согласно требованиям, приведенным в руководстве по эксплуатации для анализатора «Колос-1» или «Колос-2». Руководства по эксплуатации, а также другие НД не являются взаимозаменяемыми для указанных анализаторов.

8.2 Установление градуировочных характеристик проводят согласно указаниям, приведенным в руководстве по эксплуатации для соответствующего анализатора. Необходимо помнить, что для анализа определенного спиртосодержащего продукта, необходимо иметь соответствующую градуировку, выполненную для этого продукта.

8.3 Перед выполнением измерений проводят контроль работоспособности прибора. Для этого проводят три измерения дистиллированной воды либо для анализатора Колос-2 проводят самотестирование. Контрольным является третье измерение дистиллированной воды. Результат контроля считают удовлетворительным, если измеренное значение спирта для дистиллированной воды находится в пределах от минус 0,03 % до плюс 0,03%.

При неудовлетворительном результате контроля проводят промывку измерительной ячейки и пробоприемника анализатора моющим раствором в соответствии с Руководством по Эксплуатации и контроль повторяют. Если после выполнения промывки результат остается неудовлетворительным, проводится коррекция нуля прибора, согласно указанного Руководства.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 При проведении измерений выполняют операции соблюдают условия, приведенные в разделе «Выполнение измерений» руководства по эксплуатации.

9.2. Промыть измерительную камеру приготовленной пробой для чего залить пробу в анализатор и не начиная измерение (через 3-5 секунд) слить образец из анализатора. Для получения наиболее точных результатов желательно выполнить данную операцию 2-3 раза. Рекомендуется выполнить промывку в условиях минимизирующих испарения летучих компонентов пробы.

Далее в пробоприемник анализатора наливают (20 ± 3) см³ продукта, подготовленного в соответствии с разделом 7.2. После завершения измерения, анализатор выдает полученные результаты либо индицирует невозможность провести измерение. В последнем случае пробу сливают, и, дождавшись индикации соответствующей надписи меню прибора, наливают такое же количество образца, подготовленного в соответствии с разделом 7.2. При повторении индикации о невозможности провести измерение следует ознакомиться с возможными причинами неполадок в соответствующем разделе руководства по эксплуатации.

9.3 После завершения измерения последовательно фиксируют соответствующие показания анализатора. Результаты измерений можно также фиксировать на компьютере. Фиксацию результатов на компьютере проводят в соответствии с указаниями, приведенными в руководстве по эксплуатации.

9.4 После фиксации показаний анализатора при необходимости следует провести перерасчет показаний на действительные значения содержания компонентов, с учетом разбавлений при подготовке проб и поправок на особенности продукта. Рекомендуется для этого воспользоваться указаниями и дополнениями, которые имеются у производителя анализатора.

9.5 Выполняют в условиях повторяемости процедуры п.9.1-9.4, получают результаты X_1 и X_2 .

Сравнивают полученное расхождение между результатами по абсолютной величине с пределом повторяемости r для измеряемого показателя из Таблицы 1а (2а) для данной МВИ.

$$|X_1 - X_2| \leq r \quad (1)$$

Если неравенство (1) выполняется, то результаты X_1 и X_2 считают приемлемыми и за результат измерения принимают среднее значение \bar{X} , вычисленное по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \quad (2)$$

9.6 В противном случае результаты бракуют и повторяют процедуру измерения в соответствии с п. 9.1-9.4.

Таблица 1а (пиво)

Показатель	Диапазон, %	r %	R %
Массовая доля спирта	от 0,1 до 8,0	0,6	1,4
Объемная доля спирта	от 0,1 до 10,5	0,6	1,4
Массовая доля действительно-го экстракта	от 0,5 до 12,0	5,0	6,0
Массовая доля сухих веществ в	от 8,0 до 23,0	5,0	5,0

10 МВИ на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

начальном сусле			
-----------------	--	--	--

Таблица 2а

Показатель	Диапазон, %	r %	R %
Массовая доля спирта	от 0,1 до 94,0	0,6	1,4
Объемная доля спирта	от 0,1 до 96,5	0,6	1,4
Массовая доля действительно-го экстракта	от 0,5 до 25,0	5,0	6,0

10. КОНТРОЛЬ ПРЕЦИЗИОННОСТИ И ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ

10.1 КОНТРОЛЬ ПОВТОРЯЕМОСТИ

При выполнении каждого измерения контроль повторяемости результатов проводят в соответствии с п. 9.4.

10.2 КОНТРОЛЬ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

10.2.1 При контроле воспроизводимости сравнивают два результата X_1 и X_2 , полученные на разных анализаторах разными операторами. Если разность результатов по абсолютной величине не превосходит предела воспроизводимости R для измеряемого показателя из таблицы 3 (4) для МВИ, то воспроизводимость результатов контроля признают удовлетворительной.

В противном случае выясняют причины больших расхождений и после их устранения повторяют процедуру контроля воспроизводимости.

10.3 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ

10.3.1 Один раз в три месяца или в спорных случаях проводят контроль погрешности результатов измерений путем сравнения данных, полученных на анализаторах «Колос-1» («Колос-2») и результатов, полученных в соответствии ГОСТ 12787-81, ГОСТ Р 51620-2000 и ГОСТ Р 51653-2000.

10.3.2 Результат контроля признают удовлетворительным, если выполняется неравенство:

$$|X - Y| \leq \Delta, \quad (3)$$

где X - результат, полученный на анализаторе «Колос-1» или «Колос-2»,

Y - результат, полученный по МВИ, перечисленным в п.10.3.1.,

Δ - значение границы погрешности для измеряемого показателя из таблицы 1(2).

В противном случае выясняют причины больших расхождений между результатами после их устранения повторяют процедуру контроля погрешности.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений оформляют протоколом результатов измерений по форме, приведенной в приложении А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Форма протокола результатов измерений.

ПРОТОКОЛ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ №

Измерения

(наименование объекта)

выполнены по заказу

(наименование и адрес заказчика)

в соответствии с МВИ 2007.06.20/ДР на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

12 МВИ на анализаторе «Колос-1» («Колос-2»)

При проведении измерений получены результаты, приведенные в таблице:

№ пробы заказчика	Наименование пробы	Определяемый показатель	Результат измерения	Предел допускаемой погрешности
1	2	3	4	5

Приведенные результаты измерений справедливы для проб, приведенных в таблице. Распространять их на группу подобных проб не допускается.

Полная или частичная перепечатка протокола без разрешения руководителя Испытательной лаборатории не допускается.

Зав. испытательной лаборатории
М.П.

Ф.И.О.

Оператор

Ф.И.О.