

Міністерство освіти і науки України
Харківський національний університет радіоелектроніки

Факультет _____ інфокомунікацій
(повна назва)

Кафедра _____ метрології та технічної експертизи
(повна назва)

АТЕСТАЦІЙНА РОБОТА Пояснювальна записка

_____ другий (магістерський)
(рівень вищої освіти)

_____ ГЮІК.ХХХХХХ.001.ПЗ
(позначення документа)

_____ «Дослідження показників якості горілчаних напоїв»
(тема)

Виконав: студент 2 курсу,
групи МЗВЯП м17-1
спеціальності 152 Метрологія та інформаційно-
вимірjuвальна техніка

(код і повна назва спеціальності)

спеціалізації 8.05100201 «Метрологічне
забезпечення випробувань та якості »

(повна назва спеціалізації)

_____ Кизіма Д.М.
(прізвище, ініціали)

_____ Керівник професор Семенець В.В.
(посада, прізвище, ініціали)

Допускається до захисту

Зав. кафедри

_____ (підпис)

_____ Руженцев І. В.
(прізвище, ініціали)

2018 р.

Харківський національний університет радіоелектроніки

Факультет _____ інфокомунікацій _____

Кафедра _____ метрології та технічної експертизи _____

Рівень вищої освіти _____ другий (магістерський) _____

Спеціальність 152 Метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка

(код і повна назва)

Освітня програма «Метрологічне забезпечення випробувань та якості»

(повна назва)

ЗАТВЕРДЖУЮ:

Зав. кафедри _____

(підпис)

« ____ » _____ 20 ____ р.

ЗАВДАННЯ
НА АТЕСТАЦІЙНУ РОБОТУстудентові _____ Кизімі Дмитру Михайловичу
(прізвище, ім'я, по батькові)1. Тема роботи Дослідження показників якості горілчаних напоївзатверджена наказом по університету від: 12 листопада 2018 р.№ 1600 Ст.

2. Термін подання студентом роботи до екзаменаційної комісії _____ 2019 р.

3. Вихідні дані до роботи _____

3.1 Об'єкт дослідження – Горілчана продукція.

3.2 Товарознавча експертиза

3.2.1 Органолептичні показники. _____

3.2.2 Фізико-хімічні параметри _____

4. Перелік питань, що потрібно опрацювати в роботі _____

4.1 Поняття терміну «експертиза» _____

4.2 Класифікація і асортимент горілок _____

4.3 Органолептичні показники якості дослідних зразків продукції _____

4.4 Визначення фізико-хімічних показників якості дослідних зразків _____

4.5 Упаковка, маркування та зберігання дослідних зразків _____

5. Перелік графічного матеріалу із зазначенням креслеників, схем, плакатів, комп'ютерних ілюстрацій (слайдів) _____

5.1 Поняття терміну «експертиза», та її види _____

5.2 Вимоги до експертів _____

5.3 Порядок проведення експертизи _____

5.4 Відмість понять «експертиза» та «оцінка відповідності» _____

5.5 Об'єкт експертизи та супровідна документація _____

5.6 Органолептичні та фізико-хімічні показники досліджуваних зразків _____

6. Консультанти розділів роботи (п.6 включається до завдання за наявності консультантів згідно з наказом, зазначеним у п.1)

Найменування розділу	Консультант (посада, прізвище, ім'я, по батькові)	Позначка консультанта про виконання розділу	
		підпис	дата
Основна частина	Професор Семенець В.В.		

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№	Назва етапів роботи	Терміни виконання етапів роботи	Примітка
1	Аналіз сучасного стану проблеми та методів її вирішення	12.11.18 – 26.11.18	
2	Розробка основної частини	27.11.18- 18.12.18	
3	Написання пояснювальної записки	19.12.18- 27.12.18	
4	Виконання графічної частини	28.12.18-03.01.19	
5	Представлення закінченої атестаційної роботи на кафедру	04.01.19	

Дата видачі завдання 12 листопада 2018 р.

Студент _____
(підпис)

Керівник роботи _____
(підпис)

професор, Семенець В.В.
(посада, прізвище, ініціали)

РЕФЕРАТ

Пояснювальна записка до дипломного проекту містить 76 сторінок, 2 рисунки, 12 таблиць, перелік посилань з 25 назв.

Об'єкт дослідження – розробка програми сертифікаційних випробувань горілок та горілок особливих.

Мета роботи – розглянути історію виникнення горілок, основні показники якості, технологічні стадії виробництва, асортимент та фальсифікацію горілок.

Приведено багаторівневу класифікацію показників якості горілок, технологію виробництва. Розроблено методику визначення міцності горілок. Розроблено процедуру оцінювання невизначеності вимірювань під час проведення випробувань горілки.

СИСТЕМА ЯКОСТІ, МЕТРОЛОГІЯ, ГОРІЛКИ, МЕТОДИ, МЕТОДИКИ, МІЦНІСТЬ, ДЕГУСТАЦІЯ.

РЕФЕРАТ

Пояснительная записка к дипломному проекту содержит_____страниц, 6 рисунков, 12 таблиц, перечень ссылок из 20 наименований.

Объект исследования – разработка программы сертификационных испытаний водок и водок особых.

Цель работы – рассмотреть историю возникновения водок, основные показатели качества, технологические стадии производства, ассортимент и фальсификацию водок.

Приведено многоуровневую классификацию показателей качества водок, технологию производства.

Разработана методика определения крепости водок. Разработана процедура оценивания неопределенности измерений при проведении испытаний водки.

СИСТЕМА КАЧЕСТВА, МЕТРОЛОГИЯ, ВОДКИ, МЕТОДЫ, МЕТОДИКИ, НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ.

THE ABSTRACT

Expl message to the diploma project contains: ____ pages, 6 pictures, 12 tables, and 20 sources.

Research object – is development of the program of certification tests of vodka and special vodka.

Purposes of work – to consider history of origin of vodka, basic indexes of quality, technological stages of production, assortment and falsification of vodka.

Multilevel classification of indexes of quality of vodka, technology of production, is resulted. The method of determination of fortress of vodka is developed.

A procedure for estimating of the measurements uncertainty evaluation when testing vodka has been developed.

SYSTEM OF QUALITY, METROLOGY, VODKA, METHODS, MEASUREMENT UNCERTAINTY.

СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ	8
ВВЕДЕНИЕ.....	9
1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ И ИСТОРИЯ КРЕПКИХ СПИРТНЫХ НАПИТКОВ	10
1.1 История возникновения водки.....	10
1.2 Технологические стадии производства.....	12
1.3 Водки разных стран мира.....	14
2 ЭТИЛОВЫЙ СПИРТ.....	19
2.1 Технология спирта.....	21
2.2 Общие технологические требования.....	25
2.3 Характеристика спирта.....	26
3 ОБЩИЕ КАЧЕСТВА ВОДОК И ВОДОК ОСОБЫХ.....	28
3.1 Показатели качества.....	28
3.2 Оценка показателей качества.....	31
3.2.1 Методы отбора проб.....	32
3.2.2 Определение физико-химических показателей.....	34
3.2.3 Определение органолептических показателей.....	47
3.2.4 Порядок проведения дегустации.....	50
4 ОЦЕНИВАНИЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ИСПЫТАНИИ ВОДОК.....	57
4.1 Основные принципы оценивания неопределенности измерений	57
4.2 Базовый алгоритм оценивания неопределенности измерений	59
4.3 Разработка процедуры оценивания неопределенности измерений при испытании водок	65
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	73
ПЕРЕЧЕНЬ ССЫЛОК.....	74
ВЕДОМОСТЬ.....	76

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ

ГОСТ – международный стандарт

ДСТУ – национальный стандарт Украины

ИЛ – испытательная лаборатория

ЛВЗ – ликеро-водочный завод

НИЛ – научно - исследовательская лаборатория

НД – нормативный документ

ПК – персональный компьютер

СИТ – средство измерительной техники

ЭВМ – электронно–вычислительные машины

IEC – международная электротехническая комиссия

ISO – международная организация по стандартизации

ВВЕДЕНИЕ

Напитки, содержащие этиловый (винный) спирт, называются алкогольными. К ним относятся: этиловый ректифицированный спирт, водка, ликероводочные изделия, коньяк, виноградные и плодово-ягодные вина. Ректифицированный спирт для пищевых целей может быть обыкновенный или высшей очистки. Крепость обыкновенного спирта не менее 95,5 %, а высшей очистки - не ниже 96,2 %. Он является исходным материалом для приготовления крепких напитков.

Водка представляет собой смесь ректифицированного спирта с подготовленной водой, обработанной активированным углем с последующей фильтрацией. Она характеризуется целым рядом показателей, которые определяются при ее испытаниях в специализированных лабораториях, аккредитованных на соответствие требованиям стандарта ДСТУ ISO/IEC 17025:2017. Этот стандарт регламентирует необходимость наличия процедуры оценивания неопределенности измерений в испытательных лабораториях.

В данной дипломной работе рассматривается методика испытаний водок. В ходе работы рассмотрены ассортимент, оценка качества, фальсификация, розлив, упаковка, маркировка и хранение алкогольных напитков.

1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ И ИСТОРИЯ КРЕПКИХ СПИРТНЫХ НАПИТКОВ

1.1 История возникновения водки

На этикетках неокрашенной водки можно встретить два названия: «водка» и «водка особая». Действительно, водка бывает двух видов. И та, и другая представляет собой спиртной напиток, полученный специальной обработкой адсорбентом (обычно активированным углем) водно-спиртового раствора определенной крепости с добавлением ингредиентов или без них, с последующей фильтрацией. По внешнему виду и цвету и водки, и водки особые одинаковы - прозрачная бесцветная жидкость без посторонних примесей и осадка. К вкусу также требования одинаковые – характерные для водки без постороннего привкуса и запаха. Отличие состоит в том, что в водках особых разрешается легкий осязаемый характерный аромат.

Водка – спиртной напиток, представляющий собой бесцветный водно-спиртовой раствор крепостью от 37,5 до 56 %, с мягким присущим водке вкусом и характерным водочным ароматом.

Особая водка - высокосортная водка крепостью от 37,5 до 56 % с подчеркнuto специфическим ароматом и мягким вкусом, получаемым за счет внесения ингредиентов [2].

По законодательству Украины к алкогольным напиткам относят продукцию, содержащую не менее 1,2 % спирта из пищевого углеродсодержащего сырья. Но 1,2 % - это нижний предел, около которого обычно находится крепость слабоалкогольных напитков. Верхний же алкогольный предел принадлежит водке, самая популярная крепость которой 40 %. Водку другой крепости выпускать никто не запрещает (до 56 %), тем более что спирт прекрасно смешивается с водой в любых пропорциях, но «40 градусов» проверено временем. Ранее высшее место по крепости принадлежало питьевому спирту, который предназначался для розничной торговли в районах Крайнего Севера [3]. Крепость этого питья составляла 95 %. Дело в том, что температура замерзания 40 %-ной

водки составляет минус 28,9 °С, водки крепостью 56 % - минус 36 °С. А чистый спирт замерзает только при минус 117 °С, да и срок его хранения, в отличие от водок и других ликероводочных изделий, не ограничен.

Крепкоалкогольные напитки, в частности водку, стали изготавливать около 3-4 тысячелетий назад. К тому времени такие напитки были известны в Древнем Египте, Китае и некоторых других странах. Геродот упоминает о том, что коренное население Закавказья употребляло напитков «арак». Это слово созвучно с современным армянским словом «арах» и грузинским «араки». Так сейчас называют эти народы напитки типа водки и бренди из плодов и ягод.

А слово «алкоголь» арабского – происхождения. В переводе на русский язык оно означает «тонкий, летучий порошок». Средневековые алхимики, заимствовав у своих арабских «коллег» технологию получения спирта, изготовили его в Западной Европе.

Аристотель описывал в своих трудах изобретенный арабами процесс перегонки виноградного вина с последующим получением некоего вещества, называемого «аква вита» – живая вода. Уже упомянутые алхимики Западной Европы X века считали спирт квинтэссенцией – пятым первородным элементом после огня, воздуха, воды и земли. Алхимики продавали крошечные флаконы с водкой в качестве лекарства за баснословные деньги вплоть до XIV века.

Относительно точной даты и места рождения водки информация неоднозначна.

В давние времена наряду с названием «водка» (от слова «вода») существовали и другие – «хлебное вино», «горячее вино» (отсюда и украинская «горилка») или просто «вино».

Первоначально водка называлась не по аналогии с водой, так как нашим предкам не пришла в голову мысль отождествить питьевую воду с хмельным напитком, а при сопоставлении с «хлебным вином», от которого она произошла. То есть водка как напиток возникла гораздо раньше, чем обозначающее ее слово, известное нам и сегодня. Этот напиток очень долгое время продолжали называть вином, вплоть до начала XX века.

Сырьем для изготовления хлебного вина служит жидкое тесто, или сусло – забродившее зерно.

Термин «хлебное вино» был наиболее общим для обозначения водки и спирта, хотя официально и не использовался. В быту и торговле употреблялись другие названия для обозначения хлебного вина, например «вареное вино», «горящее вино» или «корчма». Термин «вареное вино» напрямую связан с технологией производства водки в те времена, когда смешивались два различных алкоголесодержащих напитка – вареный мед и жидкость, содержащая солод и хлеб, то есть зерно. Благодаря этому хмелящий эффект нового напитка был увеличен в несколько раз, что и подтолкнуло наших предков использовать для производства новых алкогольных напитков только хлебный компонент.

По мнению некоторых историков, большую роль в этом сыграла докторская диссертация Д.И. Менделеева "Соединения спирта с водою", в которой показывается нелинейность зависимости плотности спиртоводного раствора от градусности раствора и ошибочность смешивания объемов спирта и воды. В ходе исследований ученый выяснил, что при соединении спирта с водой спирт "сжимает" смесь (поэтому из 1 литра воды и 1 литра спирта никогда не получится 2 литра жидкости). Наибольшее сжатие смеси происходит при взаимном растворении в весовом соотношении 54,12 % воды и 45,88 % безводного спирта, что в пересчете на объемные доли и составляет 40 % об [4]. Исследование Менделеева оказалось "услышано" российским правительством, которое использовало его в запатентованном рецепте водки, которая должна была иметь крепость 40 % об.

1.3 Технологические стадии производства

Первый этап создания напитка – творческий, это разработка рецепта напитка. Над этим на производстве работают лучшие технологи. Они тестируют десятки, сотни соединений компонентов, подбирают оптимальный состав ингредиентов и разрабатывают специальную композицию для каждого вкуса водки.

Водоподготовка. Даже самая чистая вода, если она находилась в естественной среде, должна пройти специальную очистку: песочные и угольные колонны, картриджные и мембранные фильтры, ультрафиолетовую очистку. С помощью установки обратного осмоса здесь же корректируется солевой состав воды. Результатом такой работы становится особенный вкус каждой водки.

Выбор спирта. Для производства напитков используются лучшие зерновые спирты. Поэтому на ликеро-водочных заводах Украины находятся большие спиртохранилища, которые вмещают до 2 млн. литров спирта. Это позволяет закупать хорошие спирты большими партиями, чтобы застраховаться от перепадов качества продукции спиртзаводов.

Ароматные спирты и настои готовятся непосредственно на заводе. Для этого закупаются только натуральные компоненты, такие как душистый перец, мускатный орех, ржаные сухари, имбирь, злаки, чабрец, мед и т.д. Высокое качество и натуральные ингредиенты – принцип работы заводов Украины, благодаря которому продукция предприятий занимает ведущие позиции на рынках разных стран мира.

На этапе приготовления водно-спиртовой смеси особенно важно очистить продукт от сивушных масел. На ЛВЗ особое внимание уделяется использованию такого приема, как «самотек». Водно-спиртовая смесь двигается сквозь песочные и угольные колонны лишь под действием гравитации, что обеспечивает постоянную скорость очистки, без возможности искусственного ускорения процесса. Поэтому напиток получается вкусным, мягким и качественным.

Воду со спиртом смешивают в закрытых аппаратах – сортировочных чанах. Перемешивание осуществляется мешалками, перекачиванием «на себя» сжатым воздухом, другими способами. Ингредиенты вносят на этой стадии или в доводной чан.

Первое фильтрование на форфилтрах. Сортировку фильтруют через песочные фильтры с кварцевым песком для отделения механических примесей.

Обработка сортировки активным углем – одна из наиболее важных стадий, на которой формируются органолептические показатели водки. Сортировку

пропускают через слой активного угля с определенной скоростью. При этом происходят количественные и качественные изменения примесей спирта вследствие адсорбционных и окислительных процессов: уменьшается количество альдегидов, высших спиртов, возрастает концентрация эфиров. Эти изменения приводят к улучшению органолептических показателей и уменьшению окисляемости.

Фильтрация водки. Водку из угольных колонок направляют на повторную фильтрацию через песочные фильтры для удаления возможных механических примесей, унесенных частиц угля.

Доведение водки. Отфильтрованная водка корректируется по крепости в доходных чанах путем добавления воды и спирта. Согласно рецептуре вносят некоторые ингредиенты. Даже когда формирование и фильтрация водно-спиртовой смеси окончены, это еще не водка. Последний этап перед разливом готовой продукции называется «отдых». По ГОСТу (Международный стандарт) ассимиляция продолжается 2 суток. Однако эксперты утверждают, что этого недостаточно. Поэтому на ЛВЗ водно-спиртовая смесь «отдыхает» 7 суток, что позволяет добиться максимального взаимодействия всех компонентов. Специалисты говорят, что в это время водно-спиртовая смесь становится слаженной, округлой, мягкой водкой.

Розлив водки. Непосредственно перед розливом обычно проводят контрольное фильтрование. Все бутылки перед наливом ополаскиваются водкой. Это помогает сохранить необходимую крепость напитка, а также очищает бутылку изнутри. На следующем этапе в бутылки разливается готовый продукт и укупоривается колпаком.

1.4 Водки разных стран мира

Водки Польши. Польша является лидером по объему и ассортименту производимых водок.

В Польше водки традиционно разделяются на чистые и высокосортные.

Чистые водки по составу ближе к русским, они не имеют выраженного аромата и вкуса, высокосортные представляют собой ароматизированные напитки различного направления: от наливок до ликеров.

«Выборова». Одна из самых популярных на внутреннем и внешнем рынке, ее доля составляет четверть потребляемой водки в стране. Вырабатывается из ржаного спирта высшего качества (отборного) и минерализованной воды, что делает ее мягкой, с чуть сладковатым вкусом.

«21 Экселент водка». При изготовлении используется ржаной спирт «Люкс» и колодезная вода. Высокая степень чистоты исходных компонентов обеспечивает вкусовые достоинства. Крепость 40 %.

«Балтик» – водка на спирте, полученном из картофеля, крепость 40 %. Вариантом является «Специал Балтик» с добавкой ржаного спирта и двухлетней выдержкой в дубовых бочках.

«Виктори» – вырабатывается на основе отборного ржаного спирта и минерализованной воды, что наряду со специальной технологией обеспечивает приятный, нежный аромат и вкус. Крепость 39 %.

Водки Швеции.

Самой знаменитой является водка «Абсолют», т.е. абсолютно чистый спиртной напиток. Рецепт и технология водки разработана в 1879 г. Ларсом Ольссоном Смитом. Медальон с изображением изобретателя водки помещается на бутылке, в которую разливается водка. Производство водки сосредоточено на юге Швеции, на заводе в Ахусе, где выпускают классические сорта (крепостью 40 и 45%), ароматизированные варианты крепостью 40 % - «Абсолют цитрон», «Абсолют пепэ», «Абсолют кюрант».

Водки Финляндии.

С 1952г. вырабатывается национальная марка «Коскенкорва» крепостью 40, 50 и 60 %, с низким содержанием алкоголя от 25 до 21% и добавлением различных ароматизаторов [5].

С 1970 г. производится новая марка – «Финляндия» крепостью 40 и 50 %, а также ее варианты с добавлением клюквенного и ананасового ароматизаторов.

Водки Дании.

В Дании выпускается зерновая водка «Данска» крепостью 40 % (красная этикетка) и 50 % (голубая). Ароматизированные варианты: лимонная и черносмородиновая крепостью 40 %. Разливается в алюминиевые емкости.

Водки Германии.

Лидером по изготовлению высококачественных водок является фирма «СПС», выпускающая водки «Романов», «Империял», «Тройка», «Кутузов», «Фаберже», пользующиеся заслуженным авторитетом на внутреннем рынке. Именно этой фирме Правительство России заказало к 50-летию Победы водку «Салют Победы».

В 1738г. основана фирма «Детлефсен», которая изготавливает известную марку водки «Распутин» - «классическую» и ароматизированные сорта, а также «Мэджик» крепостью 37,5 %, «Престиж» крепостью 40 и 70 %.

Национальной немецкой водкой является шнапс (брант-вейн), спирт низкой крепости, для которой приготавливается из картофеля, свеклы.

Водки США.

Самой известной является водка «Смирнофф» (крепость ее – 50 %). История этой марки связана с именем Петра Смирнова, семья которого более ста лет назад изобрела особый рецепт приготовления водки. В 1933 г. эмигрант из России Рудольф Кунет выкупил производство этой водки у сына Смирнова – Владимира. С 1939г. водку «Смирнофф» производит фирма «Хьюблайн», по популярности она занимает первое место в мире среди водок и второе место среди крепкоалкогольных напитков (после рома «Бакарди»). Ежегодно продается около 15 млн. ящиков водки «Смирнофф», в то время как водки «Абсолют» (второй по популярности) – 4,5 млн. ящиков.

Водки Голландии.

С 1888 г. фирма «Хигхоуд» выпускает пшеничную водку «Роялти». Идентифицирующей особенностью этой водки является голубая бутылка и наличие на ней клейма королевского двора.

Водки Италии.

Наиболее известны такие марки, как «Кеглевич», производимая фирмой «Сток» в лимонном, персиковом вариантах и с ароматом дыни (крепость 38%), и «Эристов водка» крепостью 40%.

Водки Англии.

Английские водки имеют хождение только на внутреннем рынке и за пределами страны практически не известны. Наибольшим спросом пользуются: «Коссак» (крепостью 37,5%, «Селект» (40%), «Веджин» (37,5; 40, и 50%), «Борзой» (37,5%).

Водки Бельгии.

Популярной маркой является «Асланов». Рецепт этой водки разработан эмигрантами из России Михаилом и Ниной Асланян, которые производили эту водку в Брюсселе с 1917. В 70-х гг. товарный знак и право на производство водки «Асланов» приобретены бельгийской фирмой «Брюггеман».

Водки Мексики.

Мецкал. Для получения этого напитка используют спирт из перебродившего сока агавы, но перегоняют только один раз. Пульке. Водка крепостью 32-34 %. Не имеет стабильных показателей качества, поскольку в ее производстве допускается использование нестандартного сырья и различного по степени очистки спирта.

Текила. Спирт для нее получают из перебродившего сока агавы, затем его выдерживают в дубовых бочках. Крепость - 45 %. Технологический принцип и сама водка известна со времен ацтеков. Крупнейшим производителем текилы «Jose Cuervo» является компания «Jose Cuervo», уже 200 лет изготавливающая эту марку.

Китайские водки.

Маотай. Наиболее популярная рисовая водка. Существует несколько вариантов ее изготовления. В кустарных условиях получают примитивно выгнанный рисовый спирт, настаивают его на основе различных целебных трав, разводят водой до получения крепости 60 %, закупоривают и выдерживают некоторое время перед реализацией.

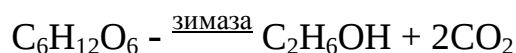
В более близких к промышленным условиям производят другой сорт водки

маотай – 60 градусную орготоу. Отличительным признаком ее являются желтый цвет и характерный запах рисовой водки. Ханжина. Хотя это пшеничная водка, однако, в качестве сырья для спирта используется и просо, что вместе с несложной технологией дает мутноватый цвет и специфический запах.

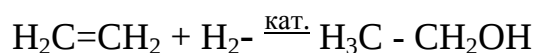
2 ЭТИЛОВЫЙ СПИРТ

Основным сырьем при производстве водки является этиловый спирт, от его потребительских свойств во многом зависит качество водки. Поэтому необходимо заострить внимание на его свойствах и особенностях.

Этиловый спирт (этанол) C_2H_5OH – бесцветная жидкость, легко испаряющаяся. Спирт, содержащий 4-5 % воды, называют ректификатом, а содержащий только доли процента воды – абсолютным спиртом. Такой спирт получают химической обработкой в присутствии водоотнимающих средств. Этиловый спирт – многотоннажный продукт химической промышленности. Получают его различными способами. Один из них – спиртовое брожение веществ, содержащих сахаристые вещества, в присутствии ферментов (например, зимазы – фермента дрожжей): зимаза



Такой спирт называют пищевым или винным спиртом. Этиловый спирт можно получать из целлюлозы, которую предварительно гидролизуют. Образующуюся при этом глюкозу подвергают в дальнейшем спиртовому брожению. Полученный спирт называют гидролизным. Как известно, для получения этилового спирта существуют и синтетические способы, такие, как сернокислотная или прямая гидратация этилена:



Себестоимость спирта, полученного таким способом, намного дешевле, чем приготовленного из пищевых продуктов.

Этиловый спирт широко используют в различных областях промышленности и прежде всего в химической. Из него получают синтетический каучук, уксусную кислоту, красители, эссенции, фотопленку, порох, пластмассы. Спирт является

хорошим растворителем и антисептиком. Поэтому он находит применение в медицине, парфюмерии [6]. В больших количествах этиловый спирт идет для получения спиртоводочных изделий.

Этиловый спирт – сильный наркотик. Попадая в организм, он быстро всасывается в кровь и приводит организм в возбужденное состояние, при котором человеку трудно контролировать свое поведение. Употребление спирта часто является основной причиной тяжелых дорожно-транспортных аварий, несчастных случаев на производстве и бытовых преступлений. Спирт вызывает тяжелые заболевания нервной и сердечно-сосудистой систем, а также желудочно-кишечного тракта. Спирт опасен в любой концентрации (водка, настойки, вино, пиво и т.д.).

Этиловый спирт, применяемый для технических целей, специально загрязняют дурно пахнущими веществами. Такой спирт называют денатуратом (для этого спирт подкрашивают, чтобы отличить его от чистого спирта).

Спирт этиловый ректификованный представляет собой прозрачную, бесцветную жидкость без посторонних запахов и привкусов, удельный вес безводного спирта при 20°C – 0,78927 г/см³, температура кипения при 760 мм рт. ст. составляет 78,35 °C, замерзания –117 °C.

Этиловый спирт гигроскопичен: он хорошо впитывает влагу из воздуха, растительных и животных тканей, вследствие чего они разрушаются. Спирт и его крепкие производные горят бледно-голубым некоптящим пламенем, пары его в смеси с воздухом в пределах концентрации 2,8-13,7 % взрывоопасны.

Содержание этилового спирта (крепость) выражается в объемных процентах. Под объемным процентом понимают количество дм³ (л) спирта в 100 дм³ (л) водно-спиртового раствора при 20 °C, выраженное в процентах.

В зависимости от степени очистки спирт этиловый ректификованный бывает четырех сортов: люкс – 96,3 %, экстра – 96,5 % об., высшей очистки – 96,2 и 1-го сорта – 96 % об. Для производства алкогольных напитков используется спирт «Люкс», «Экстра» и высшей очистки. Спирт «Люкс» и «Экстра» вырабатывают из различных видов зерна (кроме бобовых культур) и смеси зерна и картофеля.

Количество крахмала картофеля в смеси не должно превышать 35 % при выработке спирта «Люкс» и 60 % при выработке спирта «Экстра».

Спирт высшей очистки в зависимости от исходного сырья вырабатывают:

- из зерна, картофеля или из смеси зерна и картофеля;
- из смеси зерна, картофеля, сахарной свеклы и мелассы сахара-сырца и другого сахаро- и крахмалосодержащего пищевого сырья в различных соотношениях;
- из мелассы (исп. *melazza* от греч. *melas* - черный), это черная патока, отброс при производстве сахара.

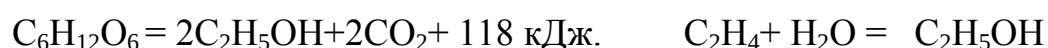
Поскольку спирт ректификованный "Экстра" вырабатывают из кондиционного зерна, то содержание примесей в нем не должно превышать 0,07 г/дм³. В спирте высшей очистки и 1-го сорта количество примесей допускается соответственно до 0,1 и 0,15 г/дм³. Помимо крепости в ректификованном спирте всех трех сортов нормируется содержание альдегидов (соответственно не более 2, 4 и 10 мг в 1 л безводного спирта), сивушного масла (не более 3, 4 и 15 мг/дм³), эфиров (не более 25, 30 и 50 мг/дм³), свободных кислот (не более 12, 15 и 20 мг/дм³). Он должен выдерживать пробу на метиловый спирт с фуксинсернистой кислотой. Содержание фурфурола не допускается.

Этиловый спирт всех сортов должен быть бесцветным и прозрачным, без посторонних частиц. Вкус и запах должны быть характерными для этилового спирта, изготовленного из соответствующего сырья. Посторонние привкусы и запахи не допускаются.

2.1 Технология спирта

Получают этиловый спирт тремя способами:

ферментативным (или биохимическим), и химическим (или синтетическим), что в общем виде выражается уравнениями:



В первом случае происходит сбраживание сахара под действием ферментов дрожжей. Во втором случае вырабатывают технический спирт из растительного сырья с высоким содержанием клетчатки негидролизуемой ферментами дрожжевой клетки (древесных опилок, соломы, торфа, мха и т. п.) и из сульфитных щелоков (отходов целлюлозно-бумажного производства), содержащих до 1,5 % сахара. Химическим способом, воздействуя на сырье минеральными кислотами, сырье осахаривается и подвергается последующему спиртовому брожению [7].

В третьем случае получают технический синтетический спирт путем присоединения к этилену воды в присутствии катализатора.

Спирт этиловый ректификованный пищевой получают только из пищевого сырья. Основным сырьем для производства спирта являются картофель, зерно, патока (продукт неполного осахаривания крахмала, представляет собой густой, вязкий, прозрачный сахарный сироп, остающийся всегда в жидком состоянии, благодаря особым веществам (обычно декстринам), препятствующим выкристаллизовыванию сахара).

Производство спирта этилового ректификованного состоит из следующих этапов:

- подготовительного – очистка сырья от примесей, приготовление солода;
- основного – разваривание крахмалистого сырья, осахаривание крахмала, сбраживание осахаренной массы, перегонка бражки и получение сырого спирта;
- завершающего – ректификация (повторная перегонка с целью очистки этилового спирта от примесей).

Подготовка сырья. Лучшим видом растительного сырья для производства спирта является картофель. Для переработки на спирт применяют высокоурожайные технические сорта картофеля, обладающие высокой крахмалистостью, устойчивые при хранении. Зерно применяется в качестве сырья и для получения солода – проросшего зерна, являющегося источником ферментов, которые расщепляют крахмал до сбраживаемых сахаров. Как

крахмалосодержащее сырье применяются различные зерновые культуры; качество зерна в этом случае не регламентируется. Меласса является отходом сахарного производства. Основной составной частью ее является сахароза, которая в условиях спиртового производства полностью сбраживается и превращается в спирт.

Крахмалосодержащее сырье сбраживают и получают бражку. Зрелую бражку направляют на перегонку. Перегонкой называется процесс разделения смесей, состоящих из двух или большего числа компонентов, кипящих при различной температуре. В спиртовом производстве перегонкой называется выделение из бражки этилового спирта вместе с летучими примесями. При простой перегонке, т. е. кипячении смесей и конденсации выделяемых паров, может быть достигнута крепость дистиллята 55,4 % об. Для получения конденсата более высокой крепости необходимо провести повторную (многократную) перегонку.

Для выделения спирта-сырца из бражки применяются колонны, оборудованные тарелками, на каждой из которых происходит вываривание бражки в противотоке с паром.

Спирт-сырец содержит ряд примесей, различающихся по температуре кипения. Эфиры, альдегиды, метиловый спирт имеют температуру кипения ниже, чем этиловый спирт; сложные эфиры, высшие спирты – выше, согласно ДСТУ 4181:2003 (Национальный стандарт Украины) [8].

Примеси являются вторичными и побочными продуктами спиртового брожения. Большинство их оказывает вредное воздействие на организм человека, и поэтому остаточное количество и состав примесей влияют на качество спирта-ректификата и вырабатываемых из него ликероводочных изделий. При общем содержании примесей в спирте-сырце до 6 г/л в их составе идентифицировано более 50 соединений, которые могут быть отнесены к одной из четырех групп химических веществ: альдегидам и кетонам, эфирам, высшим спиртам (сивушные масла) и кислотам.

Очистка спирта-сырца от примесей с получением ректификованного спирта производится на ректификационных установках.

Ректификация представляет собой многоступенчатую перегонку и осуществляется паром в колоннах, состоящих из многоколпачковых тарелок, которые по разделительной способности выборки более эффективны. На ректификационных установках получают ректификованный спирт, этиловый спирт (головную фракцию), содержащий основную часть эфиров и альдегидов, т. е. легколетучие компоненты, и сивушное масло - смесь высших спиртов, которые кипят при более высокой температуре. В соответствии с ходом ректификации эти примеси называют головными, промежуточными и хвостовыми.

Головные примеси кипят при температуре ниже температуры кипения этилового спирта. Это альдегиды (муравьиный, уксусный и др.), эфиры (муравьино-этиловый, уксуснометиловый, уксусноэтиловый и др.), метиловый спирт. К хвостовым относятся примеси, кипящие при температуре выше температуры кипения этилового спирта [9]. Это в основном сивушные масла, т. е. высшие спирты: пропиловый, изопропиловый, бутиловый, изобутиловый, амиловый, изоамиловый и др. К хвостовым примесям относятся также фурфурол, ацетила и некоторые другие вещества.

Промежуточные примеси представляют собой наиболее трудноотделимые группы соединений. В зависимости от условий перегонки они также могут быть и головными и хвостовыми. В эту группу примесей входят изомасляно-этиловый, изовалериано-этиловый, уксусновоизоамиловый, изовалериано-изоамиловый и др.

В настоящее время основная масса ректификованного спирта вырабатывается на брагоректификационных установках непрерывного действия, которые состоят из брагоперегонной и ректификационной установки непрерывного действия (применяются трех-, четырех и пятиколонные). По своему назначению колонны называются: бражная - для выварки спирта и бражки; эспурационная - для выделения головной фракции; ректификационная - для очистки и выделения ректификованного спирта; сивушная - для концентрации и выделения высших

спиртов (сивушного масла); колонна окончательной очистки - для получения ректификованного спирта высшего качества.

Учет спирта ведется в безводном спирте. Расчет ведется следующим образом - определяется объем и температура спирта в мернике. Специальным ареометром (спиртомером) измеряют плотность, соответствующую определенной крепости. По специальным спиртометрическим таблицам по показаниям спиртомера и температуре находят крепость спирта в % об. и множитель, на который умножают объем, и получают количество безводного спирта, в нем содержащегося.

2.2 Общие технологические требования

Степень очистки спирта-ректификата определяет его товарный сорт. В основу деления ректифицированного спирта на сорта положен технологический принцип, а основным признаком является содержание примесей в разных сортах. В сортах люкс и экстра учитывается также качество используемого сырья. Для их производства пригодно только кондиционное зерно. Для спирта высшей очистки и 1-го сорта используется любое пищевое сырье.

Различия в сырье и степени очистки спирта обуславливают формирование определенных органолептических и физико-химических показателей его. При органолептической оценке ректифицированного спирта устанавливаются: цвет, прозрачность, вкус, запах, отсутствие посторонних частиц.

Этиловый спирт должен быть бесцветным, прозрачным, без посторонних частиц. Вкус и запах – характерные для каждого вида спирта, выработанного из соответствующего сырья, без посторонних привкуса и запаха. Чем выше сорт этилового спирта, тем меньше примесей он содержит, тем выше его крепость. Питьевой этиловый спирт производят разбавлением спирта-ректификата [10].

ГОСТ нормирует предельные значения массовых концентраций в пересчете на безводный спирт - уксусного альдегида, сивушного масла, сложных эфиров, свободных кислот, фурфурола и метилового спирта.

Наличие фурфурола не допускается вообще, а значение метилового спирта в пересчете на безводный спирт должно быть не более 0,05 %.

Срок хранения спирта не ограничен, но при этом должны соблюдаться условия его хранения согласно инструкции по приемке, хранению, отпуску, транспортированию и учету этилового спирта, утвержденной в установленном порядке [11].

2.3 Характеристика спирта

Спирт этиловый ректификованный должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту с соблюдением норм и правил, которые утверждены в установленном порядке [12].

По органолептическим показателям спирт должен соответствовать требованиям, указанным в (табл. 2.1).

Таблица 2.1 – Органолептические показатели спирта

Наименование показателя	Характеристика	Метод испытания
Внешний вид	Прозрачная жидкость без посторонних частиц	ГОСТ 5964 - 93
Цвет	Бесцветная жидкость	ГОСТ 5964 - 93
Вкус и запах	Характерный для мелассного этилового спирта, без привкуса и запаха посторонних веществ	ГОСТ 5964 - 93

По физико-химическим показателям спирт должен соответствовать требованиям, указанным в (табл. 2.2).

Таблица 2.2 – Физико-химические показатели спирта

Наименование показателя	Нормы для спирта	Метод испытания
Концентрация этилового спирта, % об., не менее	96,3	ГОСТ 3639 - 79
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает	ГОСТ 5964 - 93
Проба на окисляемость в минутах при 20 °С, не менее	20,0	ГОСТ 5964 - 93
Концентрация альдегидов, в пересчете на уксусный, в 1 дм ³ безводного спирта, в мг, не более	2,0	ГОСТ 5964 - 93
Концентрация сивушного масла, в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спирта (3:1), в 1 дм ³ безводного спирта, в мг, не более	3,0	ГОСТ 5964 - 93
Концентрация эфиров, в пересчете на уксусно-этиловый, в 1 дм безводного спирта, в мг, не более	22,0	ГОСТ 5964 - 93
Концентрация свободных, в пересчете на уксусную, в 1 дм ³ безводного спирта, в мг, не более	12,0	ГОСТ 5964 - 93

3 ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА ВОДОК И ВОДОК ОСОБЫХ

3.1 Показатели качества

Объект испытания: Код (26.24) - Водки, водки особые, ликероводочные изделия и другие алкогольные напитки.

Цель испытания: испытания предназначены для определения сертификации водок и водок особых. Испытания относятся к партии продукции.

Общие положения: испытания проводят в лаборатории. Лаборатория должна быть аккредитована в той области, какие испытания проводятся [13].

Органолептические показатели:

Внешний вид (прозрачность) и цвет спирта и водки оценивают, визуально сравнивая в проходящем рассеянном свете анализируемое изделие и дистиллированную воду. С этой целью берут две одинаковые по размеру и однородные по цвету стекла пробирки. В одну из них наливают 10 см³ анализируемого напитка, а в другую 10³ см дистиллированной воды, устанавливают различные отклонения от цвета и определяют наличие механических примесей.

При оценке вкуса и запаха спирта его предварительно разбавляют умягченной (исправленной) водой до объемной доли 40 % при 20°C, помещают в посуду объемом 500 см³ с пришлифованной пробкой, перемешивают и разливают в дегустационные бокалы.

Оценить запах и аромат спирта можно также путем растирания между ладонями небольшого количества спирта и вдыхания его паров, улетучивающихся в результате нагревания при растирании. Это определение проводится с момента взятия пробы спирта на ладонь до полного его испарения, для того чтобы уловить первые, легко улетучивающиеся фракции (эфир), промежуточные и последние, (например, сивушное масло).

После того как оценили запах и аромат спирта, оценивают его вкус, устанавливая, имеет ли спирт нормальный жгучий спиртовой вкус или же резко

жгучий, имеется ли горьковатость или сладковатость, зависящие от вида исходного сырья, из которого выработан спирт, и т.д.

Вкус и аромат должны быть гармоничными, приятными, без жгучего вкуса и запаха спирта, посторонних привкуса и запаха, таких как запах резины, керосина, металлический привкус от емкостей с поврежденным покрытием, посторонний вкус и запах в результате производства водки на плохо обработанном оборудовании.

Прозрачность ликероводочных изделий оценивают визуально или на световом экране, цвет – также визуально или с помощью фотоэлектроколориметра любой марки. Обращают внимание на интенсивность и соответствие цвету исходного сырья: плодов, ягод и т. п. При оценке аромата и вкуса анализируемое изделие в количестве около 50 см³ наливают в дегустационный бокал установленного образца и органолептически оценивают вкус и аромат, сопоставляя с требованиями нормативного документа. При этом отмечают привкусы: терпкий, вяжущий, острый, освежающий, жгучий, маслянистый и др. Затем оценивают в целом букет напитка, слегка прикрывая рот, втягивая в него воздух и выдыхая через нос. Из нагретого во рту напитка ароматические вещества увлекаются воздухом и фиксируются обонятельными рецепторами [14].

Физико-химические показатели:

Физико-химическими методами оценивают полноту налива, определение крепости водок, массовую долю спирта, сахара, вредных примесей и другие показатели в соответствии с действующими ГОСТ.

Полнота налива оценивается с помощью мерной лабораторной посуды. По очереди определяют объем каждой из 20 бутылок. За окончательный результат принимают округленное до первого десятичного знака среднее арифметическое результатов измерений в каждой из 20 бутылок.

Крепость – измеряют концентрацию этилового спирта ареометром для спирта в водно-спиртовом растворе, полученном после предварительной перегонки водки.

Щелочность (объем соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ израсходованный на титрование 100 см³ водки) – применяют химический метод, основанный на определении объема соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ израсходованного на титрование 100 см³ водки, и потенциометрический, при котором устанавливают точки нейтрализации анализируемой водки с применением слабого раствора соляной кислоты [15].

Массовая концентрация альдегидов – определяют путем реакции присутствующих в водке альдегидов с фуксинсернистым реактивом.

Массовая концентрация сивушного масла. Устанавливают при реакции высших спиртов с раствором салицилового альдегида в присутствии серной кислоты.

Массовая концентрация сложных эфиров. Сложные эфиры определяют титрометрически, путем омыления их щелочью после предварительной нейтрализации содержащихся в водке кислот.

Подлинность и показатели безопасности определяются по ГОСТ 51786-2001 «Водка и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности».

Массовая концентрация общего экстракта определяется пикнометрическим или рефрактометрическим методами.

Массовая концентрация сахара определяется методом прямого титрования раствора окислителя (раствор Фелинга) раствором сахара с известной концентрацией до полного восстановления окисной меди в закисную. Этот метод наиболее точный, его используют и в качестве арбитражного.

Массовая концентрация кислот определяется ацидометрическим методом (по индикатору бромтимоловому синему или фенолфталеину) или используют электрометрическое титрование. Для розничной торговли спирт, водку и разливают в бутылки из обесцвеченного, полубелого или зеленого стекла различной вместимости, а также фигурные бутылки, стеклянные, хрустальные, фарфоровые и керамические графины.

Гарантийный срок хранения водки 12 месяцев.

3.2 Оценка показателей качества

Водки принимают партиями. Партией считают любое количество водки в бутылках, изготовленное одним предприятием, одного наименования, одной даты розлива, одновременно предъявленное к приемке и оформленное одним удостоверением качества [16].

В удостоверении качества должно быть указано:

- номер и дата его выдачи;
- номер товаротранспортной накладной;
- наименование водки;
- наименование и адрес изготовителя;
- номер и срок действия лицензии на право производства, хранения и поставки;
- наименование и адрес получателя;
- количество транспортных мест (ящики, коробки, пакеты из термоусадочной пленки и др.);
- количество бутылок и их вместимость;
- дата розлива;
- состав продукта;
- результаты анализа:
 - по органолептическим показателям;
 - по физико-химическим показателям;
- обозначение документа, в соответствии с которым изготовлена и может быть идентифицирована водка;
- информация о подтверждении соответствия;
- условия транспортирования.

Удостоверение качества должно быть заверено подписями ответственных лиц и оригинальной печатью изготовителя.

Партию водки принимают, если количество бутылок в выборке, имеющих дефекты: негерметичность укупоривания, глубокие царапины, потертость,

придающую поверхности матовость, ржавчину и другие загрязнения, а также дефекты этикеток: деформацию, разрывы, перекосы, морщины, подтеки клея, следы выступления штемпельной краски на лицевой стороне этикетки, подтеки и разводы от неводостойких красок, нечеткие рисунки, меньше или равно приемочному числу (табл. 3), и бракуют, если оно больше или равно браковочному числу.

Таблица 3 – Объем партии водок

Объем партии водки (в штуках)	Объем выборки (шт.)	Приемочное число (в штуках)	Браковочное число (в штуках)
До 500 включ.	8	1	2
От 501 до 1200	20	2	3
От 1201 до 10000	32	3	4
От 10001 до 35000	50	5	6
От 35001 до 50000	80	7	8
Свыше 50000	125	10	11

При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному органолептическому, физико-химическому показателю или полноте налива проводят повторные анализы на удвоенной пробе от той же партии.

При получении повторно неудовлетворительного результата хотя бы по одному органолептическому, физико-химическому показателю или полноте налива анализируемую партию водки бракуют.

3.2.1 Методы отбора проб

От партии водки методом случайного отбора отбирают пробы в количестве: 20 бутылок с ненарушенной укупоркой – для определения полноты налива; четырех бутылок вместимостью 0,5 дм³ с ненарушенной укупоркой – для

определения органолептических и физико-химических показателей [17]. При другой вместимости бутылок общий объем отобранного продукта должен составлять не менее 2 дм³.

Составляют акты отбора проб в двух экземплярах.

В акте отбора проб указывают:

- наименование и адрес получателя;
- наименование водки;
- номер удостоверения качества;
- количество и вместимость бутылок в партии, от которой отобрана проба;
- дату розлива;
- номер вагона, автомашины;
- количество и вместимость бутылок с отобранной пробой;
- описание печати или пломбы, поставленной на каждой бутылке с пробой;
- дату и место отбора пробы;
- должности, фамилии и подписи лиц, отобравших пробу.

Горловину каждой бутылки с отобранной пробой обертывают куском ткани или бумаги и обвязывают шпагатом, концы которого пломбируют или опечатывают сургучной печатью на картонной или деревянной бирке с прошнурованной этикеткой, на которой должно быть указано:

- наименование и адрес изготовителя;
- наименование водки;
- дата розлива;
- количество и вместимость бутылок в партии, от которой отобрана проба;
- дата и место отбора пробы;
- номер акта отбора проб;
- должности, фамилии и подписи лиц, отобравших пробу.

Для проведения анализа водки (определения органолептических и физико-химических показателей водки на соответствие требованиям ГОСТ 51355) содержимое бутылок с пробой соединяют и перемешивают в одном сосуде вместимостью не менее 3 дм³ с помощью мешалки, перемещая ее не менее пяти

раз вверх и вниз по всей высоте столба водки, не вынимая мешалку из раствора, и составляют объединенную пробу.

Объединенную пробу разливают в четыре бутылки. Для проведения анализа используют две бутылки с половиной объединенной пробы.

Две другие бутылки с другой половиной объединенной пробы, опечатанные лабораторией, с этикетками сохраняют в лаборатории в течение двух месяцев на случай возникновения разногласий в оценке качества.

3.2.2 Определение физико - химических показателей

Полнота налива

Для определения полноты налива используют пробу из 20 бутылок.

Метод основан на определении объема водки в бутылках с применением мерной лабораторной посуды.

Аппаратура и посуда: термометр жидкостный стеклянный с ценой деления $0,5^{\circ}\text{C}$ по ГОСТ 28498; секундомер; воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336; колбы мерные с градуированной горловиной (1-50 ХСЗ, 2-1 -10- ХСЗ, 3-200-ХСЗ, 4-1 - 250 ХСЗ, 6-500 ХСЗ, 6-700 ХСЗ, 12-1000 ХСЗ по ГОСТ 12738); колбы (1-50-2, 1-100-2, 1-200-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770); пипетка 1 -2-2-5 по ГОСТ 29227.

Водку из каждой бутылки, отобранной для определения полноты налива (всего 20 бутылок), осторожно переливают по стенке в чистую, предварительно ополоснутую испытуемой водкой мерную колбу с градуированной горловиной. После слива водки и выдержки бутылки над воронкой мерной колбы в течение 30с., проверяют объем слитой водки.

Недолив количественно определяют внесением дополнительного объема водки в мерную колбу до метки пипеткой с ценой деления $0,05\text{ см}^3$.

Перелив количественно определяют изъятием избыточного объема изделия из мерной колбы до метки пипеткой с ценой деления $0,05\text{ см}^3$

При проверке полноты налива уровень нижнего мениска водки должен совпадать с меткой на колбе.

Результаты выражают в кубических сантиметрах с точностью до десятых долей.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов измерений объема а каждой из 20 бутылок в пересчете на температуру $(20 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$, в кубических сантиметрах, округленное до целого числа.

Предельные отклонения среднеарифметического значения фактического объема водки в 20 бутылках при $(20 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ от номинального - по ГОСТ 52194.

Определение крепости водки

Крепость водки определяют ареометрическим или пикнометрическим методом.

Допускается определять крепость водки с применением автоматических электронных приборов.

Ареометрический метод.

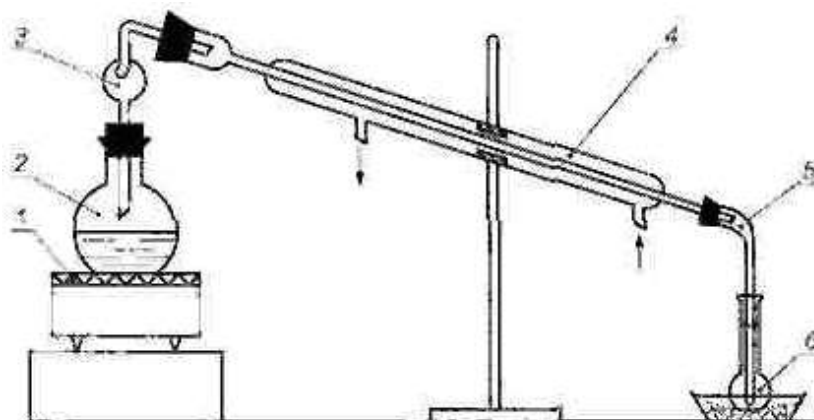
Метод основан на измерении объемной доли этилового спирта (крепости) в водно-спиртовых растворах ареометром для спирта.

Диапазон измерения объемной доли этилового спирта: 0 % - 100 %.

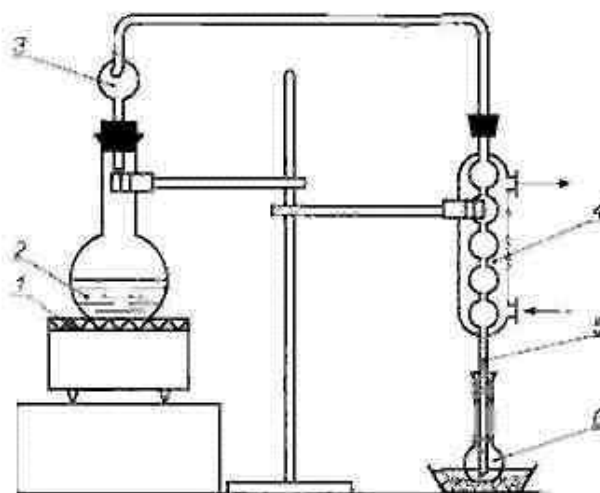
Погрешность измерения: 0,1 %.

Аппаратура и посуда: ареометры стеклянные для спирта типа АСП-1 или АСП-2 по ГОСТ 18481; термометры жидкостные стеклянные с ценой деления $0,1 ^\circ\text{C}$ и $0,5 ^\circ\text{C}$ по ГОСТ 28498; холодильник стеклянный лабораторный ХШ-3-400 ХС или ХПТ-3-400 по ГОСТ 25336; каплеуловитель КО-14/23-60ХС или КО-14/23-100 ХС по ГОСТ 25336; колбы 2-250-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770; колбы К-1-500-29/32 ТС, К-1-1000-29/32 ТС или П-1-500-29/32 ТС, П-1 -250-29.02 ТС и ГМ-1000-29/32 ТС по ГОСТ 25336; цилиндры 1-50/335 или 3-50/335 по ГОСТ 18481; вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Крепость водок, содержащих добавки, определяют после предварительной перегонки спирта, которую осуществляют на лабораторной установке для перегонки спирта или на автоматических дистилляторах. Перегонку спирта на дистилляторах осуществляют по инструкции, прилагаемой к прибору. Лабораторная установка для перегонки спирта может быть двух исполнений - I или II (рис. 3) и состоит из перегонной (плоскодонной или круглодонной) колбы 2, соединенной через каплеуловитель 3 с зашлифованной нижней частью холодильника 4.



Исполнение I



Исполнение II

Рисунок 3 - Лабораторная установка для перегонки спирта:

- 1 - электроплитка; 2 - перегонная колба (плоскодонная или круглодонная);
3 - каплеуловитель; 4 - холодильник (ХПТ или ХШ); 5 - стеклянная трубка;
6 - приемная колба.

Допускается использовать колбу, закрывающуюся резиновой пробкой с отверстием, в которое вмонтирован каплеуловитель с оплавленным концом.

Холодильник соединен с приемной колбой в стеклянной трубкой 5 с вытянутым узким концом, который должен доходить почти до дна приемной колбы, но не касаться его.

Лабораторная установка для перегонки спирта должна отвечать требованиям герметичности. Для проведения перегонки 250-500 см³ водки отмеряют мерной колбой соответствующей вместимости при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$, помещают в плоскодонную или круглодонную перегонную колбу вместимостью 500–1000 см³ соответственно. Мерную колбу ополаскивают два-три раза дистиллированной водой, сливая ее содержимое в перегонную колбу с таким расчетом, чтобы объем дистиллированной воды не превышал 60-100 см³.

Приемной колбой служит та же мерная колба, которой отмеряют анализируемую водку. В нее наливают 10-15 см³ дистиллированной воды и погружают узкий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в баню с холодной водой или льдом и начинают перегонку.

После заполнения приемной колбы примерно наполовину ее объема колбу опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 см³ дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора.

После заполнения приемной колбы дистиллятом на 4/5 объема перегонку прекращают. Колбу с дистиллятом доливают дистиллированной водой немного ниже метки и выдерживают в течение 20-30 мин при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ в водяной бане. Затем содержимое приемной колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Проведение анализа. Стеклянный цилиндр для ареометра вместимостью 250 или 500 см³ ополаскивают небольшим количеством анализируемого дистиллята ($\approx 20\text{см}^3$). Оставшийся в колбе дистиллят переливают по стенке в цилиндр, перемешивают его стеклянной мешалкой по всей высоте столба жидкости,

измеряют температуру дистиллята и определяют объемную долю этилового спирта, которая соответствует крепости анализируемой водки.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений крепости, расхождение между которыми не превышает 0,1 %.

Расчеты при определении объемной доли этилового спирта для его учета выполняют с точностью до сотых долей процента, во всех остальных случаях - до десятых долей процента.

Допускаемое расхождение между результатами измерения крепости в двух лабораториях не должно превышать 0,15 %.

Определение массовой концентрации альдегидов

Газохроматографический метод определения массовой концентрации альдегидов – по ДСТУ 4222:2003 [18].

В процессе производства водок (внутри предприятий) применяют газохроматографический метод или фотоэлектроколориметрический метод, приведенный ниже.

Метод основан на измерении интенсивности окраски анализируемого раствора, образующейся после реакции присутствующих в водке альдегидов с резорцином в сильноокислой среде с применением фотоэлектроколориметра.

О содержании альдегидов в водке судят по оптической плотности анализируемого раствора, окрашенного в светло-желтый цвет, пропорциональной массовой концентрации альдегидов. Диапазон измерений: 2- 8 мг/дм³ безводного спирта.

Аппаратура, материалы, реактивы, посуда: весы лабораторные с пределом абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,01$ мг; колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр); термометр жидкостный стеклянный с ценой деления 0,1 °С или 0,5 °С; секундомер; штатив для пробирок; пробирки вместимостью 45 см³ с

пришлифованными пробками; стаканчик для взвешивания; колба 2-100-2. 2-200-2 или 2-250-2; пипетки 1-1-2-5 и 1-1-2-10; кислота серная особой чистоты концентрированная; резорцин фармакопейный с массовой долей основного вещества более 99 % или импортный с аналогичными характеристиками; вода дистиллированная.

Приготовление водно-спиртовых растворов.

Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до необходимой крепости при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$.

Объем исходной водки V_1 , см^3 , который следует смешать с дистиллированной водой, чтобы получить необходимый объем водно-спиртового раствора, вычисляют по формуле

$$V_1 = \frac{V_2 X}{C}, \quad (3.1)$$

где V_2 – объем водно-спиртового раствора, который необходимо приготовить, см^3 ; X – необходимая крепость водно-спиртового раствора, %; C – исходная крепость водки, %.

Крепость полученного водно-спиртового раствора измеряют ареометром для спирта в цилиндре вместимостью 500 см^3 .

Приготовление раствора резорцина. Навеску резорцина массой $(2,000 \pm 0,0051) \text{ г}$ растворяют при помешивании в 50 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3 , объем раствора доводят до метки дистиллированной водой при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ и перемешивают. Раствор резорцина хранят в холодильнике не более 15 дней.

Проведение анализа. Построение градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика зависимости оптической плотности от массовой концентрации альдегидов используют стандартные образцы – типовые реактивы.

В три пробирки с пришлифованными пробками наливают по 10 см^3

концентрированной серной кислоты, затем приливают по 5 см^3 стандартного образца с разным содержанием альдегидов с таким расчетом, чтобы не происходило смешивания жидкостей, а образовывалось два слоя. Затем в каждую пробирку добавляют по 5 см^3 водного раствора резорцина массовой концентрации 2 г/100 см^3 . Пробирки закрывают пробками, их содержимое энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 5 мин. Затем пробирки погружают в проточную холодную воду или водяную баню со льдом для охлаждения реакционной смеси до температуры $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Интенсивность образовавшейся желтой окраски содержимого каждой пробирки измеряют на фотоэлектроколориметре при световой длине волны 400 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм в сравнении с дистиллированной водой.

Анализ каждого стандартного образца проводят не менее трех раз и из полученных значений оптической плотности вычисляют среднеарифметическое значение.

По полученным после колориметрирования результатам строят градуировочный график зависимости оптической плотности анализируемого раствора от содержания альдегидов, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию альдегидов (мг/дм^3 безводного спирта), а на оси ординат - соответствующие значения оптической плотности. Зависимость между оптической плотностью и массовой концентрацией альдегидов в исследуемых растворах должна быть прямолинейной. При использовании новых партий реактивов градуировочный график следует построить заново.

Прямолинейная зависимость может быть представлена в виде уравнения, по которому вычисляют массовую концентрацию альдегидов $C_{\text{ал}}$ мг/дм^3 , безводного спирта:

$$C_{\text{ал}} = AD - A_1, \quad (3.2)$$

где A и A_1 – коэффициенты, определяемые по экспериментальным данным методом наименьших квадратов для каждой марки фотоэлектроколориметра и для

каждой новой партии применяемых реактивов; D – оптическая плотность.

Исследование анализируемого образца водки. Анализ проводят используя вместо стандартного образца 5 см^3 анализируемого образца водки. Водки анализируют после предварительной перегонки. Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до 40 % при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$.

Обработка результатов. Массовую концентрацию альдегидов вычисляют по уравнению (2) или по градуировочному графику. За окончательный результат анализа (с округлением до двух значащих цифр) принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости r , равного $0,2 \text{ мг/дм}^3$, при доверительной вероятности $P=0,95$. Если расхождение превышает указанное значение, то поступают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6, используя S_r вместо σ_r . Характеристики точности и прецизионности определения массовой концентрации альдегидов приведены в (табл. 3.2).

Таблица 3.2 – Характеристики показателей точности и прецизионности определения массовой концентрации альдегидов фотоэлектроколориметрическим методом

Характеристики показателей точности и прецизионности	Значение показателей при уровне показателя альдегидов		
	1	2	3
Среднее значений, мг/дм^3	2,84	5,46	7,35
СКО повторяемости S_r , мг/дм^3	0,07	0,07	0,07
Относительное СКО повторяемости, %	2,5	1,3	1,0
Предел повторяемости r , мг/дм^3	0,2	0,2	0,2
СКО воспроизводимости S_R , мг/дм^3	0,13	0,13	0,13
Относительное СКО воспроизводимости, %	4,6	2,4	1,3
Предел воспроизводимости R , мг/дм^3	0,36	0,36	0,36
Пределы допустимой абсолютной суммарной погрешности результата анализа $\Delta_{0,95}$ (расширенная неопределенность $U_{0,95}$), мг/дм^3	$\pm 0,23$	$\pm 0,23$	0,23
Примечание. Число лабораторий, оставшихся после исключения выпадающих результатов - 8, число принятых результатов – 48.			

Контроль точности результатов анализа. Контроль точности выполняют с использованием метода добавок раствора с аттестованным значением массовой концентрации альдегидов в анализируемую пробу. Добавка должна составлять от 50 % до 150 % массовой концентрации альдегидов в анализируемой пробе

$$C_d = (0,5 \div 1,5) C_1 \quad , \quad (3.3)$$

где C_d – значение массовой концентрации альдегидов в добавке, мг/дм³; C_1 – экспериментально установленное значение массовой концентрации альдегидов в анализируемой пробе, мг/дм³.

Одну пробу анализируют, используя вместо стандартного образца 5 см³ испытуемого образца водки. Во вторую пробу испытуемой водки добавляют стандартный раствор с аттестованным содержанием альдегидов.

Анализ пробы с добавкой проводят в тех же условиях, что и анализируемой пробы продукции, учитывая проведенное разведение.

Результат анализа считают удовлетворительным, если соблюдается условие

$$|C_{1+d} - C_1 - C_a| \leq 0,24 \quad , \quad (3.4)$$

где C_{1+d} – значение массовой концентрации альдегидов в анализируемой пробе с добавкой, мг/дм³; C_1 – значение массовой концентрации альдегидов в анализируемой пробе, мг/дм³; C_a – аттестованное значение массовой концентрации альдегидов в добавке, мг/дм³; 0,24 - норматив контроля точности, мг/дм³.

Периодичность контроля – один раз в квартал.

Определение массовой концентрации сивушного масла

В процессе производства водок (внутри предприятий) применяют газохроматографический метод или фотоэлектроколориметрический метод,

приведенный ниже.

Метод основан на измерении интенсивности окраски анализируемого раствора, образующейся после реакции присутствующего в водке сивушного масла с салициловым альдегидом в присутствии концентрированной серной кислоты с применением фотоэлектроколориметра.

Массовую концентрацию сивушного масла в водке определяют по оптической плотности анализируемого раствора, окрашенного в темно-желтый цвет, пропорциональной массовой концентрации сивушного масла.

Диапазон измерений: 2-9 мг/дм³ безводного спирта.

Аппаратура, материалы, реактивы, посуда: весы лабораторные по с пределом абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,01$ мг; колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр); ареометр стеклянный для спирта по ГОСТ 18481; термометр жидкостный стеклянный с ценой деления 0,1 °С или 0,5 °С по ГОСТ 28498; цилиндры стеклянные 1-50/335 или 3-50/335 по ГОСТ 18481; колба 1-100-2 по ГОСТ 1770; пипетки 1-1-2-5 и 1-1-2-10 по ГОСТ 29227; секундомер; баня водяная; штатив для пробирок.

Пробирки вместимостью 45 см³ с пришлифованными пробками. Спиртовой раствор с объемной долей салицилового альдегида 1 % . Стандартные образцы. Типовые реактивы с массовой концентрацией сивушного масла 2, 3, 4, 6 мг в 1 дм³ безводного спирта; кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262, концентрированная; вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проведение анализа. Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика зависимости оптической плотности от массовой концентрации сивушного масла используют стандартные образцы – типовые реактивы. В три пробирки с пришлифованными пробками наливают по 10 см³ концентрированной серной кислоты, осторожно по стенке пробирки приливают поочередно по 5 см³ растворов стандартных образцов с разным содержанием сивушного масла с таким расчетом, чтобы не происходило смешивания обеих жидкостей, а образовывалось два слоя. Затем в каждую пробирку приливают по

0,7 см³ спиртового раствора салицилового альдегида, пробирки закрывают пробками, содержимое их энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем пробирки погружают в проточную холодную воду (или водяную баню со льдом) для быстрого охлаждения реакционной смеси (не более 3-4 мин.) до температуры $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Сразу же после охлаждения измеряют интенсивность образовавшейся окраски на фотоэлектроколориметре в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 20 мм при светофильтрах с длиной световой волны 540 нм в сравнении с дистиллированной водой.

Анализ каждого раствора проводят не менее трех раз и из полученных значений оптической плотности вычисляют среднеарифметическое значение.

По полученным значениям строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию сивушного масла (мг/дм³ безводного спирта), а на оси ординат соответствующие значения оптической плотности.

Зависимость между оптической плотностью и содержанием сивушного масла в исследуемых растворах должна быть прямолинейной.

Полученный градуировочный график используют для вычисления массовой концентрации сивушного масла при анализе водок.

Прямолинейная зависимость может быть представлена в виде уравнения, по которому вычисляют массовую концентрацию сивушного масла $C_{\text{с.м.}}$ мг/дм³

$$C_{\text{с.м.}} = KD - K_1, \quad (3.5)$$

где K и K_1 – коэффициенты, определяемые по экспериментальным данным методом наименьших квадратов для каждой марки фотоэлектроколориметра и новой партии применяемых растворов; D – оптическая плотность.

Исследование анализируемого образца водки. Анализ проводят используя вместо стандартного образца 5 см³ анализируемого образца водки. Водки, содержащие различные добавки, подвергают предварительной перегонке. Полученный дистиллят используют для анализа.

Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до 40 % при температуре $(20 \pm 0,2)$ °С. Массовую концентрацию сивушного масла вычисляют по уравнению (3.5) или по градуировочному графику. Для этого из полученного после колориметрирования значения оптической плотности следует вычесть расчетное значение оптической плотности, соответствующее тому количеству альдегидов, которое определено в анализируемой водке и рассчитано по уравнению (3.2) или по градуировочному графику.

Полученные после вычитания результаты используют для вычисления массовой концентрации сивушного масла по уравнению (3.2) или градуировочному графику. За окончательный результат анализа (с округлением до двух значащих цифр) принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости γ равного $0,3 \text{ мг/дм}^3$, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Характеристики точности и прецизионности определения массовой концентрации сивушного масла приведены в (табл. 3.3.)

Таблица 3.3 – Характеристики точности и прецизионности определения массовой концентрации сивушного масла фотоэлектроколориметрическим методом

Характеристики показателей точности и прецизионности	Значения показателя при уровне сивушного масла		
	1	2	3
Среднее значение, мг/дм^3	2,02	5,74	7,71
СКО) повторяемости S_r , мг/дм^3	0,11	0,11	0,11
Относительное СКО повторяемости, %	5	1,7	1,3
Предел повторяемости γ мг/дм^3	0,3	0,3	0,3
СКО воспроизводимости S_R , мг/дм^3	0,11	0,11	0,11
Относительное СКО воспроизводимости, %	5	1,7	1,3
Предел воспроизводимости R , мг/дм^3	0,3	0,3	0,3
Пределы допускаемой абсолютной суммарной погрешн. результата анализа $\Delta_{0,95}$ (расширенная неопределенность $U_{0,95}$), мг/дм^3	$\pm 0,16$	$\pm 0,16$	$\pm 0,16$
Примечание - Число лабораторий, оставшихся после исключения выпадающих результатов - 8, число принятых результатов – 48.			

Контроль точности выполняют с использованием метода добавок раствора с аттестованным значением массовой концентрации сивушного масла в анализируемую пробу. Добавка должна составлять от 50 % до 150 % массовой концентрации сивушного масла в анализируемой пробе

$$C_{\text{д}} = (0,5 \div 1,5)C_2, \quad (3.6)$$

где $C_{\text{д}}$ – значение массовой концентрации сивушного масла в добавке, мг/дм³; C_2 – экспериментально установленное значение массовой концентрации сивушного масла в анализируемой пробе, мг/дм³.

Одну пробу анализируют, используя вместо стандартного образца 5 см³ испытуемой водки. Во вторую пробу испытуемой водки добавляют стандартный раствор с аттестованным содержанием сивушного масла. Анализ пробы с добавкой проводят в тех же условиях что и анализируемой пробы продукции, учитывая проведенное разведение.

Результат анализа считают удовлетворительным, если соблюдается условие

$$|C_{2+\text{д}} - C_2 - C_3| \leq 0,16, \quad (3.7)$$

где $C_{2+\text{д}}$ – значение массовой концентрации сивушного масла в анализируемой пробе с добавкой, мг/дм³; C_2 – значение массовой концентрации сивушного масла в анализируемой пробе, мг/дм³; C_3 – аттестованное значение массовой концентрации сивушного масла в добавке, мг/дм³; 0,16 – норматив контроля точности, мг/дм³.

Периодичность контроля – один раз в квартал.

Совместимость результатов анализа для двух лабораторий.

Абсолютное расхождение результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях (по двум параллельным определениям в каждой лаборатории), не должно превышать критическую разность $CD_{0,95}$ равную 0,22 мг/дм³.

3.2.3 Определение органолептических показателей

Органолептический анализ продуктов проводят с целью их идентификации, т.е. установления тождественности по органолептическим показателям, предусмотренным рецептурой на данный продукт [17].

Органолептический анализ продуктов включает определение внешнего вида [прозрачности, наличия посторонних включений (частиц)], цвета, запаха, аромата и вкуса посредством органов чувств человека в соответствии с требованиями ГОСТ 51193, ГОСТ 51355, ГОСТ 51652, ГОСТ 51723, ГОСТ 52191, ГОСТ 52192.

Органолептическую оценку осуществляют специалисты – дегустаторы, обладающие специальными знаниями и имеющие опыт работы по оценке качества продуктов. Порядок проведения дегустаций.

При необходимости отбирают удвоенную (утроенную) объединенную пробу.

Методы органолептического анализа.

Определение внешнего вида. Определение прозрачности.

Метод основан на визуальном определении прозрачности содержимого бутылки в проходящем свете, на световом экране или с помощью фотоэлектроколориметра по ГОСТ 51135.

Аппаратура: пробирки из бесцветного стекла вместимостью 10 или 20 см³ по ГОСТ 19908; вода бидистиллированная.

Анализируемый продукт наливают в пробирку из бесцветного о стекла вместимостью 10 или 20 см³. Водку просматривают в проходящем свете или на световом экране в сравнении с бидистиллированной водой, налитой в аналогичную пробирку.

Определение наличия посторонних включений (частиц).

Бутылку из прозрачного стекла с продуктом встряхивают, переворачивают

вверх дном и в проходящем свете визуально просматривают невооруженным глазом содержимое. При этом тяжелые включения (кусочки стекла, окарины и т. д.) оседают, а легкие (частички укупорочного и фильтрующего материалов, ворсинки, пленки от плохо вымытой бутылки и т. д.) плавают.

Определение наличия посторонних включений в продукте, укупоренном в стеклянную тару из непрозрачного (матового) стекла, а также в фарфоровую или керамическую тару, проводят после перелива ее в сухой и чистый стеклянный цилиндр соответствующей вместимости, визуально просматривая невооруженным глазом его содержимое в проходящем свете.

Внимательно осматривают внутреннюю поверхность бутылки, отмечая отсутствие или наличие матового или другого налета на дне бутылки или на других ее частях.

Определение внешнего вида спирта этилового - сырца, спирта этилового ректификованного проводят путем проверки наличия посторонних частиц в анализируемой пробе, налитой в чистый, сухой цилиндр, предварительно ополоснутый анализируемым спиртом.

Определение цвета.

Цвет спирта и водки определяют визуально, а цвет ликероводочных изделий - визуально или с применением фотоэлектроколориметра любой марки по ГОСТ 51135.

Определение цвета визуально.

Метод основан на визуальной оценке чистоты оттенка и интенсивности окраски анализируемого продукта на белом фоне или в проходящем свете.

Аппаратура: пробирки из прозрачного кварцевого стекла вместимостью 10 или 25 см³ по ГОСТ 19908; вода бидистиллированная.

В одну пробирку наливают анализируемые спирт или водку, а в другую

аналогичную пробирку – бидистиллированную воду. Визуально сравнивают цвет содержимого обеих пробирок, помещенных на белом листе бумаги.

Определение запаха и аромата.

Метод основан на обонятельных ощущениях дегустатора, возбуждаемых летучими веществами, содержащимися в анализируемом продукте.

Аппаратура: ареометр стеклянный для спирта по ГОСТ 18481; термометры жидкостные стеклянные с ценой деления $0,1^{\circ}\text{C}$ или $0,5^{\circ}\text{C}$ по ГОСТ 28498; цилиндры 2-50 по ГОСТ 1770; бокал дегустационный (рисунок 3.1); склянка с пришлифованной пробкой; вода исправленная (умягченная) или вода бидистиллированная.

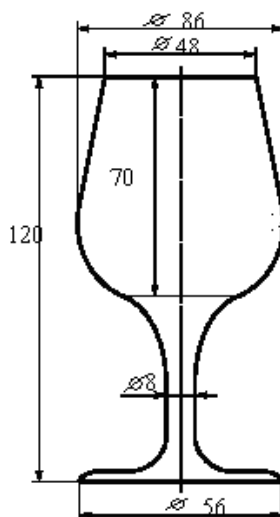


Рисунок 3.1 – Дегустационный бокал тюльпанообразной формы

Анализируемый спирт разбавляют исправленной или бидистиллированной водой, получая водно-спиртовой раствор объемной долей 40 % при температуре $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$. Полученный водно-спиртовой раствор помещают в склянку с пришлифованной пробкой, тщательно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение суток. После этого водно-спиртовой раствор готов к проведению органолептического анализа.

Водно-спиртовой раствор наливают в дегустационный бокал на $\frac{1}{3}$ его объема (около 50 см³), перемешивают легкими вращательными движениями, обхватив ладонью нижнюю расширенную часть дегустационного бокала облегчая этим испарение летучих веществ. Подносят бокал с напитком к носу и делают ряд коротких и частых вдыханий.

3.2.4 Порядок проведения дегустаций

Подготовка проб к проведению дегустации.

Способ подачи проб зависит от вида дегустации, которая предусматривает разные цели.

Открытую дегустацию проводит группа специалистов – дегустаторов за общим столом с обсуждением характерных признаков анализируемых проб продуктов. Подачу проб на открытую дегустацию сопровождают краткой информацией, касающейся вида изделия и его изготовителя.

Пробы перед подачей на закрытую дегустацию предварительно кодируют группами цифр или букв. Значение кодов должны быть известны только доверенному лицу, не участвующему в работе в качестве дегустатора. Присутствие членов комиссии, кроме доверенных лиц, при шифровке образцов не допускается. При проведении закрытой дегустации следует удалить все сведения об изготовителе продукта и поместить пробы в посуду. До сведения дегустаторов доводят только тип дегустируемого продукта и основные требования к нему.

Составляют акт шифровки, в котором указывают номер пробы продукта, наименование продукта и предприятия-изготовителя, дату изготовления и отбора проб и характерные особенности изделия в представленных пробах (рецептуру изготовления, применение новых технологий и т. д.). Организатор дегустации подписывает акт шифровки, запечатывает его в конверт и передает председателю дегустационной комиссии или его заместителю. Акт шифровки вскрывает

председатель комиссии после окончания дегустации и подсчета среднеарифметического значения представленных оценок.

Порядок представления проб на дегустацию.

Дегустацию желательно проводить в первой половине дня. Дегустаторы перед началом дегустации должны быть ознакомлены с требованиями документа, в соответствии с которым изготовлен продукт. При проведении дегустации следует соблюдать определенную последовательность подачи продуктов: сначала дегустируют этиловый спирт, водки и особые водки, затем – горькие настойки, далее полусладкие и сладкие изделия.

Пробы продуктов подают на дегустацию после предварительной выдержки для принятия ими температуры $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Прием пищи дегустатором должен быть не позднее, чем за час до начала дегустации.

При дегустации водок в первую очередь оценивают водки, изготовленные на спирте высшей очистки, затем на спирте «Экстра», «Люкс» и заканчивают дегустацией особых водок. После дегустации 10-15 проб продуктов необходимо делать перерыв не менее чем на 10 мин.

Требования к помещениям для проведения дегустаций.

Для проведения органолептического анализа продуктов рекомендуется иметь два изолированных помещения – специально оборудованное для работы дегустаторов и подсобное для подготовки проб к анализу. Помещение для работы дегустаторов должно отвечать следующим требованиям:

- температура воздуха в помещении - $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, относительная влажность воздуха - $(70 \pm 5) \%$;
- площадь помещения - не менее 20 м^2 ;
- защищено от шума и вибрации;
- хорошо вентилируемое, но без сквозняков;

- окраска стен в светлые тона;
- хорошо освещено, предпочтительно рассеянным дневным светом без проникновения прямых солнечных лучей. Освещенность рабочих мест должна быть равномерной и составлять не менее 500 лк.

Требования к рабочим местам дегустаторов.

Рабочие места дегустаторов должны быть одинаковы и расположены так, чтобы избежать влияния дегустаторов друг на друга при проведении оценки проб продуктов. При закрытых дегустациях для самостоятельной дегустации рекомендуются кабины шириной 50 - 60 см, длиной 80 - 90 см, высотой 75 - 80 см. При невозможности оборудований помещений отдельными кабинами можно использовать столы с перегородками. При отсутствии перегородок места для дегустаторов следует размещать одно за другим за отдельными столами.

Рабочее место председателя дегустационной комиссии следует располагать так, чтобы он мог видеть всех членов комиссии.

На каждом рабочем месте должен стоять светлый стол и удобный стул. На столе дегустатора должны быть:

- дегустационные листы;
- основные правила оценки;
- карандаш или ручка;
- стаканы, нож и вилка из нержавеющей стали;
- посуда для слива напитков и салфетки;
- нейтрализующие продукты, восстанавливающие вкусовую чувствительность (белый хлеб, питьевая минеральная негазированная вода, сыр, овощи, вареная колбаса, фрукты (кроме цитрусовых)).

Подсобное помещение, предназначенное для подготовки проб, должно быть изолировано от дегустационного помещения и оснащено:

- рабочими столами для подготовки проб;
- шкафами для хранения посуды, столовых приборов, рабочего инвентаря;

- холодильниками;
- мойкой с горячей и холодной водой.

Требования к дегустационной посуде.

При органолептической оценке продуктов используют специальные дегустационные бокалы, форма и размеры которых изображены на рисунке 3.1. Допускается отклонение от указанного размера по ширине не более 10мм в сторону увеличения. Бокалы должны быть строго одинаковы, изготовлены из бесцветного стекла без каких-либо цветных или выгравированных украшений.

После использования бокалы моют водой с температурой 36°C - 40°C . Затем ополаскивают несколько раз холодной водой и сушат при температуре 25°C - 30°C .

Требования к дегустаторам.

Дегустационная комиссия на предприятии должна состоять не менее чем из пяти человек с установлением срока полномочий не более двух лет.

К дегустации допускаются специалисты, имеющие стаж работы в данной отрасли не менее трех лет и прошедшие отбор по сенсорным способностям – чувствительности вкусового, обонятельного и цветового анализаторов.

Дегустатор должен пройти общую и специальную подготовку, направленную на совершенствование чувствительности дегустатора, а также обучение специфическим особенностям проведения органолептического анализа продуктов: идентификации основных вкусов, запахов, ароматов, тренировке памяти на вкус, запах, аромат и на сравнение анализируемой пробы с закодированным идентичным образцом.

Дегустатор должен знать технологические особенности производства, понимать принципы и методы оценки качества продуктов, различать уровни качества оцениваемого продукта и иметь представление об идеальном качестве

анализируемых свойств продукта. Дегустатор должен владеть навыками четкого выполнения определенной техники дегустирования, а также навыками объективного намерения своих ощущений, способами измерения этих ощущений, выражая их в баллах, а также вкусовой терминологией, принятой в дегустационной комиссии для определения органолептических ощущений.

Обработка результатов дегустационной оценки

После органолептической оценки каждой пробы продуктов дегустатор записывает свои оценки и при необходимости замечания в дегустационную карточку. Ошибочно записанные оценки зачеркивает и подписывают.

Характеристику органолептических показателей переводят в количественную оценку, выражаемую в баллах. Используют 10-балльную шкалу, которая предусматривает характеристику качества продукта по следующим основным показателям: прозрачность, цвет, аромат или запах, вкус.

Разделение максимальных баллов по отдельным органолептическим показателям следующее:

- прозрачность и цвет- 2балла;
- аромат и запах - 4 балла;
- вкус - 4 балла.

Для разных уровней качества спирта, водок, особых водок, ликеров и ликероводочных изделий существуют разные ограничительные баллы, ниже которых проба продукта признается недоброкачественной (табл. 3.4).

Таблица 3.4 – Минимальные оценки продуктов в баллах, рекомендуемые при проведении дегустаций

Группа продукта	Гран-при	Золотая медаль	Серебряная медаль	Бронзовая медаль	Диплом
Водки и особые водки	9,8	9,75	9,7	9,65	9,5

Каждый дегустатор по окончании дегустации подписывает дегустационную карточку и передает ее председателю комиссии. При наличии электронной индикации дегустаторы сообщают председателю дегустационной комиссии свою оценку показом таблиц. После передачи дегустаторами результатов оценки всех анализируемых проб продуктов председателю комиссии рекомендуется провести их обсуждение и обменяться мнениями.

Обработку результатов органолептического анализа проводит секретарь комиссии или другое лицо, назначенное председателем, который вычисляет среднеарифметическое значение представленных оценок, округленных до сотых долей. Оценку дегустаторов, отличающуюся от рассчитанного среднеарифметического значения более чем на 0,30 балла, не учитывают. Из оставшегося количества оценок повторно рассчитывают среднеарифметическое значение с точностью до десятых долей, которое является окончательной балльной оценкой данной пробы. Окончательные результаты органолептической оценки сопоставляют с показателями качества, приведенными в нормативных документах на данный вид продукта, определяя соответствие его требованиям стандарта.

Окончательные результаты органолептической оценки заносят в протокол или рабочий журнал, в котором должны содержаться следующие сведения: дата и место проведения дегустации, список членов дегустационной комиссии, цель дегустации, информация о пробах, представленных для оценки (наименование предприятия и продукции, данные о партии продукта, даты отбора проб, коды проб и т. д.), результаты органолептических оценок дегустаторов, заключение, рекомендации и решение комиссии, подписи председателя и секретаря дегустационной комиссии.

В процессе дегустационной оценки продуктов пользуются описательными характеристиками возможных вариантов оценки каждого органолептического показателя (табл. 3.5).

Экспертная или арбитражная комиссия решает вопросы о подлинности продуктов или их фальсификации с проведением органолептических и физико-

химических анализов, осуществляет проведение арбитражных анализов при оценке продуктов по просьбе контролирующих организаций, решает возникающие спорные вопросы о качестве продуктов между поставщиком и потребителем. Экспертная комиссия также осуществляет проведение в арбитражных анализов при экспортных и импортных поставках продуктов. Дегустация может быть «закрытой» и «открытой».

Таблице 3.5 – Описательные характеристики возможных вариантов оценки органолептических показателей

Наименование продукта	Показатель качества	Характеристика показателей качества
Водки, особые водки	Прозрачность	Прозрачный, без посторонних включений (частиц) и осадка.
	Цвет	Бесцветный, без дополнительных оттенков; присутствует дополнительный оттенок.
	Запах	Характерный спиртовый или водочный; резкий спиртовый; наличие постороннего запаха (сильный, слабый)
	Аромат	Специфический аромат, присущий данному сорту спирта или виду водки; наличие постороннего аромата (сильный, слабый)
	Вкус	Характерный для данного сорта спирта или да водки; присутствует посторонний привкус; наличие горечи;

Комиссия создается при головной отраслевой организации, осуществляющей разработку и внедрение технологических процессов и методов контроля качества продуктов. В ее состав входят эксперты и опытные специалисты - профессионалы. Конкурсная дегустационная комиссия осуществляет органолептическую оценку продукции, представленной на международные и отечественные выставки и конкурсы. Конкурсная дегустация является «закрытой» и проводится по специальным правилам.

4 ОЦЕНИВАНИЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ИСПЫТАНИИ ВОДОК

4.1 Основные принципы оценивания неопределенности измерений

Неопределенность измерений – неотрицательный параметр, характеризующий рассеяние значений величины, приписываемых измеряемой величине на основе имеющейся информации [20].

Параметром может быть стандартное отклонение (или кратное ему число) или половина ширины интервала с установленной вероятностью охвата.

$$Y = y \pm U, p = 0,95. \quad (4.1)$$

Все составляющие неопределенности в результате измерения можно сгруппировать в две категории в соответствии со способом их оценивания [21,22]:

А — составляющие, оцениваемые путем применения статистических методов (обработкой результатов многократных измерений);

В — составляющие, оцениваемые другим способом (по характеристикам, взятым из предыдущих экспериментов, из паспорта на прибор, методик выполнения измерений, из справочников и т.д.).

Неопределенность измерений включает составляющие, обусловленные систематическими эффектами, в том числе составляющие, связанные с поправками и приписанными значениями эталонов, а также дефинитную неопределенность. Иногда поправки на оцененные систематические эффекты не вводят, а вместо этого последние рассматривают как составляющие неопределенности измерений.

Составляющие типа А оцениваются как стандартные (среднеквадратические) отклонения результатов многократных измерений (неопределенности типа А). Эти составляющие характеризуются числами степеней свободы ν (для прямых многократных измерений $\nu = n-1$, где n —

количество многократных наблюдений, выполненных при измерении). В последствии v учитывается при исчислении коэффициента охвата и расширенной неопределенности. Если между составляющими типа A наблюдается статистическая взаимосвязь (корреляция), то необходимо указывать коэффициенты корреляции $(x_i, x_j) = r_{ij}$.

Составляющие типа B также оцениваются как предполагаемые стандартные (среднеквадратичном) отклонения, получаемые из известных границ, в которых могут находиться – значения этих составляющих (неопределенности типа B – U_B). Для составляющих типа B число степеней свободы принимается равным бесконечности. Между составляющими типа B может существовать предполагаемая взаимосвязь, тогда следует указывать коэффициенты предполагаемой корреляции.

Суммарная стандартная (среднеквадратичная) неопределенность рассчитывается по правилу суммирования дисперсий

$$u_c^2 = u_A^2 + u_B^2; \quad (4.2)$$

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}. \quad (4.3)$$

Интервальной оценкой неопределенности является расширенная неопределенность U , которую получают путем умножения стандартной суммарной неопределенности на так называемый коэффициент охвата k

$$U = ku_c. \quad (4.4)$$

При указании расширенной неопределенности указывают уровень доверия – вероятность p . Эта вероятность принимается равной $p = 0,95$.

Относительная неопределенность – отношение стандартной, суммарной или расширенной неопределенности к модулю входной или выходной величины

$$\tilde{U}_{Ai} = \frac{U_A}{x_i}, \quad (4.5)$$

$$\tilde{u}_c = \frac{u_c}{y}, \quad (4.6)$$

$$\tilde{U} = \frac{U}{|y|}. \quad (4.7)$$

4.1.2 Базовый алгоритм оценивания неопределенности измерений

Базовый алгоритм оценивания неопределенности измерений при выполнении метрологических работ включает в себя следующие операции [21-22]:

- 1) составление модельного уравнения;
- 2) оценивание входных величин, внесение поправок на известные систематические эффекты в результатах измерений;
- 3) вычисление оценки результата измерений;
- 4) определение стандартных неопределенностей входных величин;
- 5) вычисление вклада неопределенности каждой входной величины в неопределенность измеряемой величины;
- 6) вычисление суммарной стандартной неопределенности измеряемой величины;
- 7) вычисление расширенной неопределенности измеряемой величины;
- 8) запись полного результата измерения;
- 9) составление бюджета неопределенности.

Составление модельного уравнения

Модельное уравнение выражает зависимость между выходной (измеряемой) величиной Y и входными величинами

$$Y=f(X_1, \dots, X_m). \quad (4.8)$$

В качестве входных величин в модельное уравнение, кроме непосредственно измеряемых величин, входящих переменные, значения которых и их неопределенности известны из внешних источников, а также поправки к результату измерения на известные систематические эффекты, основные и дополнительные абсолютные погрешности используемых средств измерения.

Оценка входных величин, внесение поправок на известные систематические эффекты в результатах измерений

Значения входных величин находят путем их измерения с однократными или многократными наблюдениями или оценки с внешних источников. При проведении многократных измерений при значении i -й входной величины принимают среднее арифметическое результатов ряда отдельных наблюдений

$$x_i = \bar{x}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{q=1}^{n_i} x_{iq}. \quad (4.9)$$

В полученные значения вносят поправки на известные систематические эффекты. Эти поправки вносятся в модельное уравнение как входные величины и сами являются источниками неопределенности.

Вычисление оценки результата измерений

Оценку исходной величины получают при подстановке в модельное уравнение оценок входных величин

$$y = f(x_i, \dots, x_m). \quad (4.10)$$

Определение стандартных неопределенностей входных величин

Стандартные неопределенности входных величин выражаются в виде стандартных отклонений и находятся статистическими и нестатистическими методами, получая, соответственно, стандартные неопределенности типа А (U_A) или стандартные неопределенности типа В (U_B).

Стандартная неопределенность измерения типа А i -й входной величины находится по формуле:

$$u_A(x_i) = \sqrt{\frac{\sum_{q=1}^{n_i} (x_{iq} - \bar{x}_i)^2}{n_i(n_i - 1)}}. \quad (4.11)$$

Она соответствует среднему квадратичному отклонению (СКО) результата измерения (среднего арифметического) i -й входной величины.

Стандартная неопределенность типа В входной величины находится в зависимости от априорной информации о превратностях входной величины. Если i -я входная величина является исключено систематической погрешностью (НСП) с границами $\pm \theta_i$, то ее неопределенность вычисляется по формуле:

$$, \quad u_B(x_i) = \frac{\theta_i}{\alpha_i} \quad (4.12)$$

где α_i - коэффициент, соответствующий принятому закону распределения внутри границ НСП. Для равномерного или неизвестного закона распределения $\alpha_i = \sqrt{3}$; для нормального закона распределения $\alpha_i = 2$ (для вероятности 0,95) для треугольного закона распределения $\alpha_i = \sqrt{6}$; для закона арксинуса $\alpha_i = \sqrt{2}$.

Вычисление вклада неопределенности каждой входной величины в неопределенность измеряемой величины

Вклад неопределенности $u_i(y)$ каждой входной величины X_i в неопределенность $u(y)$ измеряемой величины Y (суммарная неопределенность) определяется как произведение коэффициента чувствительности неопределенности входной величины

$$u_i(y) = c_i u(x_i). \quad (4.13)$$

Коэффициенты чувствительности c_i показывают, как оценка исходной величины изменяется с изменением оценок входных величин. Их находят как частные производные выходной величины по каждой из входной величин, оценены при значениях входных величин:

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_{ic}} = \frac{\partial Y}{\partial X_{ic}} \Big|_{x_1, x_2, \dots, x_m} \quad (4.14)$$

Определение стандартной неопределенности исходной величины (суммарной стандартной неопределенности)

Определение стандартной неопределенности исходной величины осуществляется по формулам, называемым законом распространения неопределенности.

При отсутствии корреляций между входными величинами стандартной неопределенности исходной величины определяется как

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2(y)} = \sqrt{c_1^2(x_1) + c_2^2(x_2) + \dots + c_m^2 u^2(x_m)} \quad , \quad (4.15)$$

Расчет расширенной неопределенности

Расширенную неопределенность получают путем умножения неопределенности исходной величины (суммарной стандартной неопределенности) на коэффициент охвата:

$$U = k \cdot u(y). \quad (4.16)$$

Коэффициент охвата представляет собой множитель, на который умножают стандартную суммарную оценку неопределенности для получения расширенной неопределенности. Его приближенное значение для уровня доверия 0,95 равен 2, если все вклады неопределенности оценены по типу В.

При оценке неопределенности результатов многократных измерений, GUM рекомендует брать как коэффициент охвата коэффициент по распределению Стьюдента для уровня доверия 0,95 и эффективного числа степеней свободы ν_{eff} , определяемый по формуле Уэлча-Саттерсвейта:

$$\nu_{eff} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^m u_i^4(y)/\nu_i}, \quad (4.17)$$

где ν_i — число степеней свободы для i -ой входной величины, равной $(n-1)$ для неопределенностей типа А и бесконечности для неопределенностей типа В.

Запись полного результата измерения

Полный результат измерения включает в себя оценку исходной величины и приписано ей значение расширенной неопределенности с указанием уровня доверия:

$$Y = y \pm U, p = 0.95, \quad (4.18)$$

Значение расширенной неопределенности указывается с числом значащих цифр, не более двух. Результат измерения, как и значения входных величин, округляют так, чтобы они соответствовали своим неопределенностям.

Составление бюджета неопределенности

Вычисленные вклады неопределенности удобно представлять в виде бюджета неопределенности, который включает в себя список всех входных $X_1, \dots, X_m$, и их оценок $x_1, \dots, x_m$ вместе с принадлежащими им стандартными неопределенностями измерения $u(x_i)$ и числами степеней свободы (табл. 4.1) [22].

Таблица 4.1 – Схема бюджета неопределенности

Входная величина	Оценка входной величины	Стандартная неопределенность	Число степеней свободы	Коеэффициент чувствительности	Вклад неопределенности
X_1	x_1	$u(x_1)$	ν_1	c_1	$u_1(y)$
X_2	x_2	$u(x_2)$	ν_2	c_2	$u_2(y)$
...	...	...		...	...
X_m	x_m	$u(x_m)$	ν_m	c_m	$u_m(y)$
Измеряемая величина	Оценка измеряемой величины	Суммарная стандартная неопределенность	Эффективное число степеней свободы	Коеэффициент охвата	Расширенная неопределенность
Y	y	$u(y)$	ν_{eff}	k	U

Для каждой величины таблица должна содержать коеэффициент чувствительности c_i и вклад неопределенности $u_i(y)$. Для занесенных в таблицу числовых значений в таблицу числовых значений должны указываться единицы измерения для соответствующей величины. В нижней строке бюджета неопределенности можно разместить информацию о выходной величиной (входная величина, ее оценка, неопределенность входной величины, эффективное число степеней свободы ν_{eff} , доверительная вероятность $p=0,95$, коеэффициент охвата, расширенная неопределенность).

4.3 Разработка процедуры оценивания неопределенности измерений при испытании водок

Приведем пример оценивания неопределенности измерений на примере определения полноты налива по ГОСТ 32035-2013 [23].

Метод основан на определении объема водки в бутылках с применением мерной лабораторной посуды.

От партии водки методом случайного отбора отбирают пробы из выборки в количестве $N=20$ бутылок с ненарушенной укупоркой ($N=8$ бутылок с ненарушенной укупоркой – для количества бутылок водки в партии до 500 включительно).

Водку из каждой бутылки, отобранной для определения полноты налива, осторожно переливают по стенке в чистую, предварительно ополоснутую испытуемой водкой мерную колбу с градуированной горловиной. После слива водки и выдержки бутылки над воронкой мерной колбы в течение 30 с проверяют объем слитой водки.

Недолив количественно определяют внесением дополнительного объема водки в мерную колбу до метки пипеткой с ценой деления $0,05 \text{ см}^3$. Перелив количественно определяют изъятием избыточного объема изделия из мерной колбы до метки пипеткой с ценой деления $0,05 \text{ см}^3$.

Объем водки в каждой бутылке определяют при фактической температуре, производя перерасчет на объем при температуре $(20 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ в соответствии с таблицей Б.1 ГОСТ 32035-2013 (приложение Б) [23] (см. табл. 4.2).

При измерении объемов водки при температурах выше $20 ^\circ\text{C}$ отклонение вычитают; при температурах ниже $20 ^\circ\text{C}$ отклонение прибавляют.

Результаты выражают в кубических сантиметрах с точностью до десятых долей.

За окончательный результат анализа принимаю среднее арифметическое значение результатов измерений объема в каждой из 20 бутылок (8 бутылок) в пересчете на температуру $(20 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$, в мл, округленное до целого числа.

Таблица 4.2 – Отклонение объема водки в бутылках в мл в зависимости от температуры по сравнению с ее объемом при температуре $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$

Объем	750 мл	500 мл	250 мл	500 мл	250 мл	500 мл	250 мл
Температура, $^\circ\text{C}$	40 %			50 %		56 %	
35	+8,4	+5,6	+2,8	+6,8	+3,2	+7,6	+3,8
34	+7,8	+5,2	+2,6	+5,9	+2,9	+6,2	+3,1
33	+7,2	+4,8	+2,4	+5,4	+2,7	+5,7	+2,9
32	+6,6	+4,4	+2,2	+5,0	+2,5	+5,3	+2,6
30	+6,4	+3,6	+1,8	+4,2	+2,1	+4,4	+2,2
29	+4,9	+3,3	+1,6	+3,7	+1,9	+3,9	+2,0
28	+4,3	+2,9	+1,4	+3,8	+1,7	+3,5	+1,8
27	+3,8	+2,5	+1,3	+2,8	+1,4	+3,0	+1,5
26	+3,2	+2,1	+1,1	+2,5	+1,2	+2,6	+1,3
25	+2,5	+1,6	+0,9	+2,0	+1,0	+2,2	+1,1
24	+2,1	+1,4	+0,7	+1,6	+0,8	+1,7	+0,9
23	+1,6	+1,1	+0,5	+1,2	+0,6	+1,3	+0,8
22	+1,1	+0,7	+0,4	+0,8	+0,4	+0,9	+0,4
21	+0,6	+0,4	+0,2	+0,4	+0,2	+0,4	+0,2
20	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
19	-0,5	-0,3	-0,2	-0,4	-0,2	-0,4	-0,2
18	-1,1	-0,7	-0,4	-0,8	-0,4	-0,9	-0,4
17	-1,5	-1,0	-0,5	-1,2	-0,6	-1,3	-0,6
16	-2,1	-1,4	-0,7	-1,6	-0,8	-1,7	-0,9
15	-2,6	-1,7	-0,9	-2,0	-1,0	-2,1	-1,1
14	-3,1	-2,1	-1,0	-2,4	-1,2	-2,5	-1,3
13	-3,6	-2,4	-1,2	-2,8	-1,4	-2,9	-1,5
12	-4,1	-2,7	-1,4	-3,2	-1,6	-3,3	-1,7
11	-4,6	-3,1	-1,5	-3,6	-1,8	-3,8	-1,9
10	-5,1	-3,4	-1,7	-3,9	-2,0	-4,2	-2,1
9	-5,6	-3,7	-1,9	-4,3	-2,2	-4,6	-2,3
8	-6,0	-4,0	-2,0	-4,7	-2,4	-5,0	-2,5
7	-6,5	-4,3	-2,1	-5,1	-2,5	-5,4	-2,7
6	-7,0	-4,7	-2,3	-5,5	-2,7	-5,3	-2,9
5	-7,5	-5,0	-2,5	-5,8	-2,9	-6,2	-3,1
4	-7,9	-5,3	-2,6	-6,2	-3,1	-6,6	-3,3
3	-8,4	-5,6	-2,8	-6,6	-3,3	-7,0	-3,5
2	-8,9	-5,9	-3,0	-7,0	-3,5	-7,4	-3,7
1	-9,3	-6,2	-3,1	-7,3	-3,7	-7,8	-3,9
0	-9,8	-6,5	-3,3	-7,7	-3,8	-8,2	-4,1

При испытаниях используются следующие средства измерений и посуда:

- термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0°С до 100°С с ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498-90;
- колбы стеклянные с градуированной горловиной 1-50 ХСЗ; 2-1-100 ХСЗ; 3-200-ХСЗ; 4-1-250 ХСЗ; 6-500 ХСЗ; 7-700 ХСЗ; 12-1000 ХСЗ по ГОСТ 12738-77;
- пипетка 1-2-2-5 по ГОСТ 29227-91.

Процедура оценивания неопределенности измерений.

1. Составление модельного уравнения:

$$V_{\text{изм}} = V_{\text{к}} - (At^2 + Bt + C) + V_{\text{п}} , \quad (4.19)$$

где $V_{\text{к}}$ – объем мерной колбы; t – температура водки при испытаниях; $V_{\text{п}}$ – объем недолива (перелива) водки в бутылке; A, B, C – параметры зависимости приращения объема водки от температуры, найденные по табл. 4.2.

2. Оценивание входных величин:

$\hat{V}_{\text{к}}$ – значение объема мерной колбы; $\hat{t}$ – значение температуры водки при испытаниях, измеренное термометром;

$$\bar{V}_{\text{п}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_{\text{пи}} \quad (4.20)$$

среднее значение недолива (перелива) водки в бутылках, где значения $V_{\text{пи}}$ – недолив (перелив в i -й бутылке, измеренный пипеткой); $\hat{A}, \hat{B}, \hat{C}$ значения параметров зависимости приращения объема водки от температуры, найденные по табл. 4.2 методом наименьших квадратов.

3. Вычисление числового значения измеряемой величины по формуле:

$$\hat{V}_{\text{изм}} = \hat{V}_{\text{к}} - (\hat{A}\hat{t}^2 + \hat{B}\hat{t} + \hat{C}) + \bar{V}_{\text{п}} . \quad (4.21)$$

4. Вычисление стандартных неопределенностей входных величин:

- стандартная неопределенность типа B объема мерной колбы:

$$u_B(\hat{V}_k) = \frac{\theta_k}{\sqrt{3}}, \quad (4.22)$$

где θ_k – допустимые границы погрешности воспроизведения объема мерной колбой по ГОСТ 12738-77;

- стандартная неопределенность типа B измерения температуры водки термометром:

$$u_B(\hat{t}) = \frac{\theta_t}{\sqrt{3}}, \quad (4.23)$$

где θ_t – допустимые границы погрешности измерения температуры водки термометром по ГОСТ 28498-90;

- стандартная неопределенность типа B измерения объема недолива (перелива) водки с помощью пипетки:

$$u_B(\hat{V}_n) = \frac{\theta_n}{\sqrt{3}}, \quad (4.24)$$

где θ_n – допустимые границы погрешности измерения объема пипеткой по ГОСТ 29227-91;

- стандартная неопределенность типа A измерения объема недолива (перелива) водки с помощью пипетки:

$$u_A(\bar{V}_n) = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (V_{ni} - \bar{V}_n)^2}. \quad (4.25)$$

5. Вычисление суммарной стандартной неопределенности:

$$u_c(V_{\text{изм}}) = \sqrt{u_B^2(\hat{V}_K) + (2\hat{A}\hat{t} + \hat{B})^2 u_B^2(\hat{t}) + u_B^2(\bar{V}_\Pi) + u_A^2(\bar{V}_\Pi)} . \quad (4.26)$$

6. Вычисление расширенной неопределенности:

$$U(V_{\text{изм}}) = k u_c(V_{\text{изм}}), \quad (4.27)$$

где $k = t_{0,95}(v_{\text{eff}})$ - коэффициент охвата, причем эффективное число степеней свободы v_{eff} определяется по формуле:

$$v_{\text{eff}} = (N-1)[u_c(V_{\text{изм}})/u_A(\bar{V}_\Pi)]^4. \quad (4.28)$$

7. Бюджет неопределенности представлен в табл. 4.3.

Таблица 4.3 – Схема бюджета неопределенности измерения объема водки в бутылке

Входная величина	Оценка входной величины	Стандартная неопределенность	Число степеней свободы	Коеффициент чувствительности	Вклад неопределенности
V_K	$\hat{V}_K$	$u_B(\hat{V}_K)$	∞	1	$u_B(\hat{V}_K)$
t	$\hat{t}$	$u_B(\hat{t})$	∞	$-(2\hat{A}\hat{t} + \hat{B})$	$-(2\hat{A}\hat{t} + \hat{B}) * u_B(\hat{t})$
V_Π	$\bar{V}_\Pi$	$u_A(\bar{V}_\Pi)$	$N-1$	1	$u_A(\bar{V}_\Pi)$
		$u_B(\bar{V}_\Pi)$	∞		$u_B(\bar{V}_\Pi)$
Измеряемая величина	Оценка измеряемой величины	Суммарная стандартная неопределенность	Эффективное число степеней свободы	Коеффициент охвата	Расширенная неопределенность
$V_{\text{изм}}$	$\hat{V}_{\text{изм}}$	$u_c(V_{\text{изм}})$	v_{eff}	$t_{0,95}(v_{\text{eff}})$	$U(V_{\text{изм}})$

ПРИМЕР.

Оценивания неопределенности измерений полноты налива водки в бутылки.

Из партии объемом 200 шт. были случайным образом отобраны 8 бутылок водки «Prime» объемом 0,5 л крепостью 40 %.

Измерение объема производилось при температуре водки $\hat{t} = 26^\circ\text{C}$.

Результаты недолива (перелива) водки в бутылки приведены в табл. 4.4.

Таблица 4.4 – Измерение недолива (перелива) водки в бутылки

$\hat{V}_{п1}$, мл	$\hat{V}_{п2}$, мл	$\hat{V}_{п3}$, мл	$\hat{V}_{п4}$, мл	$\hat{V}_{п5}$, мл	$\hat{V}_{п6}$, мл	$\hat{V}_{п7}$, мл	$\hat{V}_{п8}$, мл
2,3	4,6	3,7	5,4	2,1	7,5	6,3	8,1

Для полученных результатов измерений, получаем:

$\hat{V}_к = 500$ мл значение объема мерной колбы;

$\hat{t} = 26^\circ\text{C}$;

$\bar{V}_п = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N V_{пi} = 5,025$ мл;

$\hat{A}\hat{t}^2 + \hat{B}\hat{t} + \hat{C} = 2,1$ мл.

Поэтому реальный объем водки в отобранных 8 бутылках при 20°C составил:

$$\hat{V}_{изм} = 500 \text{ мл} - 2,1 \text{ мл} + 5,025 \text{ мл} = 502,925 \text{ мл}.$$

Стандартная неопределенность типа B объема мерной колбы равна:

$$u_B(\hat{V}_к) = \frac{0,4}{\sqrt{3}} = 0,23 \text{ мл}.$$

Стандартная неопределенность типа B измерения температуры водки термометром:

$$u_B(\hat{t}) = \frac{1}{\sqrt{3}} = 0,58 \text{ } ^\circ\text{C}.$$

Стандартная неопределенность типа B измерения объема недолива (перелива) водки с помощью пипетки:

$$u_B(\hat{V}_n) = \frac{0,05}{\sqrt{3}} = 0,029 \text{ мл.}$$

- стандартная неопределенность типа A измерения объема недолива (перелива) водки с помощью пипетки по формуле (4.25): $u_A(\bar{V}_n) = 0,792 \text{ мл.}$

Суммарная стандартная неопределенность измерения объема водки в 8 бутылках определялась по формуле (4.26).

При этом коэффициенты методом наименьших квадратов были найдены значения $\hat{A}$, $\hat{B}$, $\hat{C}$ по данным табл. 4.2: $\hat{A}=0,0013 \text{ мл}/(^{\circ}\text{C})^2$, $\hat{B}=0,2978 \text{ мл}/^{\circ}\text{C}$, $\hat{C} = -6,4989 \text{ мл.}$

Поэтому из формулы (4.26) получаем:

$$u_c(V_{\text{изм}}) = \sqrt{0,23^2 + (2 \cdot 0,0013 \cdot 26 + 0,2978)^2 \cdot 0,58^2 + 0,029^2 + 0,792^2} = 0,852 \text{ мл.}$$

Определим эффективное число степеней свободы ν_{eff} по формуле (4.28):

$$\nu_{\text{eff}} = (8-1)[0,852/0,792]^4 = 9,37. \quad (4.28)$$

Для этого ν_{eff} коэффициент охвата будет равен $k = t_{0,95}(\nu_{\text{eff}}) = 2,26$.

Поэтому расширенная неопределенность измерения объема водки в бутылках будет равна:

$$U(V_{\text{изм}}) = k u_c(V_{\text{изм}}) = 2,26 \cdot 0,852 = 1,9 \text{ мл.}$$

Результата измерения объема будет равен:

$$V_{\text{изм}} = (502,9 \pm 1,9) \text{ мл, } p = 0,95.$$

Таблица 4.5 – Схема бюджета неопределенности измерения объема водки в бутылке

Входная величина	Оценка входной величины	Стандартная неопределенность	Число степеней свободы	Коэффициент чувствительности	Вклад неопределенности
V_k	500 мл	0,23 мл	∞	1	0,23 мл
t	26 °С	0,58 °С	∞	-0,3654	0,21 мл
V_p	5,025 мл	0,792 мл	7	1	0,79 мл
		0,029 мл	∞		0,029 мл
Измеряемая величина	Оценка измеряемой величины	Суммарная стандартная неопределенность	Эффективное число степеней свободы	Коэффициент охвата	Расширенная неопределенность
$V_{изм}$	502,9 мл	0,852 мл	9,37	2,26	1,9 мл

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Как следует из работы секрет качества водки кроется, прежде всего, в качестве используемого сырья: зернового спирта, изготовленного из отборных сортов пшеницы и ржи, и живой, мягкой природной воды. К тому же, чем сложнее процесс очистки спиртов, воды и водно-спиртовой смеси, чем лучше смягчители, тем, в конечном итоге, выше качество напитка. Понятно, что чем больше примесей, тем заметней становится тот неприятный сивушный запах. Кроме степени очистки, большую роль в качестве спирта играет сырье, из которого он был произведен. Существенное влияние на смягчение резкого вкуса и спиртового запаха водки оказывает очистка спиртово-водной смеси. Для этого применяются различные методы, самый известный из которых – фильтрация смеси через древесный активированный уголь.

В зависимости от степени очистки спирт этиловый ректифицированный бывает четырех сортов: люкс - 96,3 %, экстра - 96,5 % об., высшей очистки - 96,2 и 1-го сорта - 96 % об. Для производства алкогольных напитков используется спирт "Люкс", "Экстра" и высшей очистки.

В данном дипломной работе были рассмотрены такие темы как: история возникновения крепких спиртных напитков; технологические стадии производства водок и водок особых; этиловый спирт, технологии его производства; физико-химические показатели водки (полнота налива, определение крепости водки, определение массовой концентрации альдегидов, сивушного масла); органолептические показатели (определение внешнего вида, прозрачности, цвета визуально, запаха и аромата), порядок проведения дегустаций, оценивание неопределенности измерений при испытаниях водки.

ПЕРЕЧЕНЬ ССЫЛОК

1. Дубравин И.А. Водка. Все о спиртных напитках [Текст] / Дубравин И.А. Энциклопедия. – К.: Просвещение, 2010. – 87 с.
2. ДСТУ 3297:95. Лікero-горілчана промисловість. Терміни та визначення понять [Текст]; вступ. 01.10.2004, - 19с.
3. Иванов А.А. Книга о водке [Текст] / Иванов А.А., Сост. Ю.Г.: Наука – Смоленск: Русич, 1995 – 255 с.
4. Похлебкин В.В. История водки [Текст] / Похлебкин В.В. – М.: Центрполиграф, 2000 – 57 с.
5. Спиртные напитки и пиво. Новинки рынка.2004: [Электрон. ресурс]. – Режим доступа: [http:// www.my-sn.ru/market_news/](http://www.my-sn.ru/market_news/).
6. Метлин Ю.Г. Основы общей химии [Текст] / Метлин Ю.Г., Третьяков Ю.Д. – М.: Просвещение, 1980. - 157 с.
7. Кармазін В.В., Семенець В.В. Курс загальної фізики. Навчальний посібник – К.: Кондор, 2008 – 760 с.
8. Дубцов Г.Г. Товароведение пищевых продуктов [Текст] / Дубцов Г.Г.; Учебник. – М.: Мастерство: Высшая школа, 2001. – 259 с.
9. ДСТУ 4181:2003. Спирт етиловий ректифікований і спирт етиловий – сирець. Правила приймання і методи випробування [Текст]; вступ. 01.07.2004, - 23с.
10. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови. [Текст]; вступ. 01.10.2004, - 19с.
11. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови. [Текст]; вступ. 01.10.2004, - 19с.
12. ГОСТ 51723 – 2000. Спирт этиловый пищевой 95 %-ый. Технические условия. [Текст]; введ. 01-05-2000,– 23 с.
13. ГОСТ 5964-93. Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа. [Текст]; введ. 15.04.1994, 19с.

14. ДСТУ 4256 – 2003. Горілки і горілки особливі. Технічні умови [Текст]; – Замінює ГОСТ 12545-81 вступ. 01-10-04. - К.: ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ, 2003. – 39 с.

15. Белокурова Е.С. Товароведение и экспертиза вкусовых товаров [Текст] / Белокурова Е.С., Вытовтов А.А., Герасимова В.А.: Учебник – СПб.: Питер, 2005 – 279 с.

16. Шепелев А.Ф. Товароведение и экспертиза вкусовых и кондитерских товаров [Текст] / Шепелев А.Ф.: Учебник – Ростов-на-Дону: Феникс, 2002 - 315 с.

17. ДСТУ 4165:2003. Горілки і горілки особливі. Правила приймання і методи випробування [Текст]; вступ. 01.07.2004, - 41с.

18. ГОСТ 51355 – 99. Водки и водки особые. Общие технические условия. [Текст]; введ. 05-03-1999,– 19 с.

19. ДСТУ 4222:2003. Горілки, спирт етиловий та водно-спиртові розчини. Газохроматографічний метод визначення вмісту мікрокомпонентів [Текст]; вступ. 01.10.2004 – 49с.

20. ГОСТ 52194 – 2003. Водки и водки особые. Изделия ликероводочные. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение. [Текст]; введ. 09-01-2003,– 35 с.

21. JCGM 200:2012 . International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) 3rd edition.

22. Спосіб контролю за температурою Пат. 49219 Україна, МПК 6 G 08 B 17/10, G 01 K 011/00. Спосіб контролю за температурою / В. В. Семенець, В. В. Єлізаров, А. Т. Сидоренко, В. І. Леонідов, С. Д. Муравйов, О. М. Олевський ; ЗАТ "СПЕЦІНЖНАЛАДКА АСУ", ХДТУРЕ, УНДІПБ МВСУ. – № 2001085690 ; заявл. 10.08.2001; опубл. 16.09.2002, Бюл. № 9. – 6 с. : ил.

23. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, ISO, 1997 – 102 p.

24. Захаров И.П., Кукуш В.Д. Теория неопределенностей в измерениях – Х.: КОНСУМ, 2002. – 256 с.

25. ГОСТ 32035-2013 Водки и водки особые. Правила приемки и методы анализа. Межгосударственный стандарт.

ДОДАТОК А

Відомість атестаційної роботи

Позначення				Найменування				Дод. відомості	
				Текстові документи					
1 ГЮІК XXXXXX.001 ПЗ				Пояснювальна записка				с	
				Графічні документи					
2 ГЮІК XXXXXX.001 Д1				Мета та задачі роботи					
3 ГЮІК XXXXXX.001 Д2				Визначення повноти наливу					
4 ГЮІК XXXXXX.001 Д3				Технології стадії виробництва горілок					
5 ГЮІК XXXXXX.001 Д4				Визначення міцності горілок					
6 ГЮІК XXXXXX.001 Д5				Основні показники якості горілок					
7 ГЮІК XXXXXX.001 Д6				Вимоги прийняття партії горілок					
8 ГЮІК XXXXXX.001 Д7				Визначення запаху та аромату					
				Інші документи					
11				Електронні матеріали				1 од	