

Р 50.1.036—2002

**РЕКОМЕНДАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ**

---

## **ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ**

### **Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности**

Издание официальное

**Предисловие**

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

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

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

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

**4 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ**

© ИПК Издательство стандартов, 2002

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

## Содержание

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

## ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ

## Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности

Дата введения 2003—01—01

## 1 Область применения

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

## 2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

ГОСТ 5363—93 Водка. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

## 3 Определения

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими определениями:

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

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

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

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

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

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

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

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

## 4 Сущность метода

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

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

$$C = A - B, \quad (1)$$

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

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

$$M = 1 - \frac{m}{n}, \quad (2)$$

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

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

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

## 5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 5363.

## 6 Условия проведения измерений

При измерениях выполняют следующие условия:

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

## 7 Средства измерений, материалы

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

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Хлопчатобумажная ткань техническая или бытовая.

## 8 Подготовка к проведению измерений

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

### 8.2 Подготовка пробы для анализа

8.2.1 Перед подготовкой пробы проверяют целостность заводской упаковки анализируемого образца.

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

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

## 9 Проведение измерений

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

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

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

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

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

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

## 10 Определение подлинности продукции

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

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

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

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

## **11 Требования к точности измерений**

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

## **12 Контроль точности измерений**

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

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

## **13 Требования к квалификации персонала**

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

## **14 Требования безопасности**

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

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

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

14.4 Запрещается нарушать целостность анализатора при его эксплуатации.

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(обязательное)

**Пример заполнения информационной карты образца**

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

**П р и м е ч а н и е** — Позицию 6 информационной карты оператор не заполняет. При создании файл-паспорта образца программа, заложенная в процессор электронно-вычислительного блока анализатора, заносит в шестую строку 64-разрядный идентификационный номер, сформированный из набора значений интенсивностей многомерного спектра.





**ПРИЛОЖЕНИЕ В**  
(справочное)

**Пример представления файл-паспорта образца в виде таблицы**

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Г  
(справочное)  
**Библиография**

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

---

УДК 663.5.001.4:006.354

ОКС 67.160.10

H79

ОКСТУ 9109

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

---

Р 50.1.036—2002

**Рекомендации по стандартизации**

**ВОДКИ И ВОДКИ ОСОБЫЕ**

**Спектрально-люминесцентный метод определения подлинности**

**БЗ 7—2001/16**

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

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

---

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102