

Таблица 2 - Состав эфирных масел хвои ели (%)

Соединение	Масло					
	П	Е	А	В	Г	К
I	0,1	0,4	0,1	0,2	0,2	0,1
II	1,1	3,8	2,7	3,0	1,7	1,7
III	5,2	2,5	1,0	0,6	2,0	0,4
IV	0,5	0,2	0,3	-	-	-
V	25,4	10,6	15,9	14,0	3,8	6,2
VI	4,5	0,5	-	1,7	0,2	0,5
VII	18,6	13,6	5,1	6,8	9,8	2,2
VIII	13,7	23,4	26,0	47,2	39,9	34,8
IX	15,3	18,1	9,4	12,2	15,5	4,8
X	6,2	7,0	2,0	1,7	2,3	0,9
XI	1,1	2,8	10,4	2,6	4,3	4,1
XII	0,4	0,8	0,3	0,8	0,2	0,2
XIII	-	0,3	1,0	-	0,3	1,2
XIV	-	0,3	2,2	0,2	0,2	1,6
XV	0,5	0,5	1,7	0,4	0,4	1,7
XVI	-	1,8	9,9	1,7	14,2	28,7

Было установлено, что количественный состав масел, произведенных ООО «Ароматы жизни» в 2003 и 2009 г. практически одинаков, поэтому он приведен в одном столбце таблицы 2 (II). В отличие от всех остальных образцов, в них отсутствует камфора и содержится в минимальных количествах борнилацетат (13,7 %), что снижает потребительскую ценность этих товарных масел. Наиболее ценными в этом плане являются эфирные масла ели Глена (Г) и канадской (К).

ЛИТЕРАТУРА

1 Скаковский, Е.Д. Применение спектроскопии ЯМР для анализа состава эфирного масла хвои сосны / Е.Д. Скаковский [и др.] // Журнал прикладной спектроскопии. – 2006. Т. 73, № 3. – С. 246 – 249.

УДК 006.9 + 543.08

Н.И. Заяц, доц., канд. техн. наук; Л.И. Антоновская, асп.;
Н.А. Белясова, доц., канд. биол. наук (БГТУ, г. Минск)

ОЦЕНКА НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

В соответствии с требованиями ГОСТ 8.010, методики выполнения измерений (МВИ) должны содержать сведения о метрологических характеристиках. Они могут быть представлены точностью (погрешностью или неопределенностью), правильностью, характеризую-

мой смещением (отклонением от эталонного значения) и прецизионностью, к которой относится повторяемость (близость параллельных результатов), промежуточная прецизионность (близость результатов, полученных в одной лаборатории, но в разных условиях) и воспроизводимость (близость результатов, полученных в разных лабораториях) [1]. В последнее время для оценки точности результатов измерений все чаще используют неопределенность, которая является основным и признанным во всем мире параметром, характеризующим точность измерений. Выражение неопределенности в соответствии с установленными методиками и руководствами является обязательным условием признания результатов измерений международными организациями, а также условием выполнения требований СТБ ИСО/МЭК 17025. Неопределенность – параметр, связанный с результатом измерений, характеризующий разброс значений, которые могли быть обоснованно приписаны измеряемой величине [2]. Неопределенность может быть выражена средним квадратическим отклонением (стандартная неопределенность) или интервалом (расширенная неопределенность) и рассчитана по методу А (на основании ряда экспериментальных данных) или по методу В (на основании дополнительной информации).

В настоящее время существуют два подхода к оценке неопределенности измерений. Первый, достаточно хорошо разработанный подход – метод моделирования. Он состоит в установлении модели измерений, которая связывает измеряемую величину с влияющими величинами, расчете стандартной неопределенности каждой влияющей величины и оценке, с учетом коэффициентов чувствительности, стандартной неопределенности измеряемой величины. Типичными выходными данными метода моделирования является бюджет неопределенности, дающий оценку суммарной стандартной неопределенности конкретного результата.

Другой подход – альтернативный, получил название «эмпирического метода». Основной принцип этого подхода заключается в определении оценок неопределенности из оценок прецизионности и смещения. Оценки прецизионности и смещения могут быть получены по результатам экспериментальных исследований, проведенных в одной лаборатории (внутрилабораторный контроль), в разных лабораториях (межлабораторный контроль), а также по результатам контроля компетентности лаборатории в соответствии с требованиями СТБ ИСО 5725. Результаты, полученные с применением эмпирического метода, обычно относятся к определенному методу испытаний, а не к конкретному результату.

Нами были использованы два рассмотренных выше подхода для оценки неопределенности новой разработанной методики «Определение степени устойчивости материалов и изделий с биоцидными добавками к биообрастаниям» [3]. Степень устойчивости к биообрастанию (способности противостоять колонизации микроорганизмами) оценивается относительным показателем DS , рассчитанным из соотношения концентрации молочной кислоты в культуральной жидкости с образцом ($C'_{он}$), содержащим биоцидную добавку, к среднему значению концентрации молочной кислоты с контрольным образцом ($C'_{к}$), не содержащим биоцидную добавку:

$$DS = 1 - \frac{C'_{он}}{C'_{к}} \quad (1)$$

Содержание молочной кислоты определяли кислотно-основным титрованием и рассчитывали по формуле:

$$C = \frac{C_1(V_{11} - V_{12})}{V} \quad (2)$$

где C_1 – концентрация щелочи, ммоль/л; V_{11} – объем щелочи, пошедшей на титрование анализируемой пробы, мл; V_{12} – средний объем щелочи, пошедшей на титрование питательной среды по результатам трех параллельных измерений, мл; V – объем пробы, мл.

Первым этапом оценки неопределенности по методу моделирования является составление модели и выявление источников неопределенности. Формула 2 являются моделью измерений концентрации молочной кислоты. Подставив в формулу (1) значения концентраций, получили модель измерения параметра DS :

$$DS = 1 - \frac{C_1(V_{1он} - V_{1к}) \cdot V_к}{V_{он} \cdot C_1(V_{1к} - V_{12})} \quad (3)$$

Анализ моделей (величины, входящие в модель измерения являются источниками неопределенности) и процесса измерений позволил выявить 24 источника неопределенности определения параметра DS и 8 источников определения концентрации молочной кислоты. Источниками неопределенности являлись: погрешности использованной мерной посуды, применяемых средств измерений, чистоты реактивов и др. От каждого источника неопределенности, исходя из принятого закона распределения, рассчитывали вклад в суммарную стандартную неопределенность используя формулы нормального, прямоугольного и треугольного законов. Затем рассчитывали суммарную стандартную неопределенность определения параметра DS и концентрации молочной кислоты как корень квадратный из суммы квадратов стандартных неопределенностей входных величин.

Для оценки неопределенности эмпирическим методом использовали результаты оценки точности МВИ, полученные при разработке методики в условиях одной лаборатории [4]. Прецизионность оценивали как СКО результатов определения параметра DS и концентрации молочной кислоты, полученных в условиях повторяемости (S_p) и в условиях промежуточной прецизионности (S_R). Для получения статистических данных использовали 4 образца половолоконных мембранных элементов, содержащих различные биоцидные добавки. Для каждого образца получали 9 серий измерений в условиях промежуточной прецизионности, каждая серия включала 3 результата, полученные в условиях повторяемости (параллельные результаты). В свою очередь каждый из трех параллельных определений DS рассчитывался по результатам 9-ти измерений концентрации молочной кислоты: по три параллельных измерения опытного, контрольного образцов и питательной среды. Смещение результата измерения концентрации молочной кислоты оценивали методом добавок, для приготовления которых использовали 80%-ную молочную кислоту.

Стандартная неопределенность измерений концентрации молочной кислоты (u) рассчитывалась как корень квадратный из суммы квадратов стандартного отклонения (S), характеризующего прецизионность измерений и оценки b , рассчитанную для смещения:

$$u = \sqrt{S^2 + b^2} \quad (4)$$

Вклад смещения в неопределенность определяли из среднего смещения ($\hat{\Delta}$), рассчитанного по результатам 3 измерений концентраций добавок, неопределенности концентрации раствора с добавкой (u_{ref}), оцененной методом моделирования и прецизионности среднего значения повторных измерений, выполненных при исследовании смещения (S) по следующей формуле:

$$b = \sqrt{\hat{\Delta}^2 + u_{ref}^2 + S^2} \quad (5)$$

Аналогично была рассчитана неопределенность определения параметра DS . Неопределенность определения параметра DS и концентрации молочной кислоты, рассчитанная двумя методами представлена в таблице.

Таблица

Показатель	Интервал измерения	Стандартная неопределенность, %	
		Метод моделирования	Эмпирический метод
DS	от 0,00 до 1,00	9,8	12,5
Концентрация молочной кислоты	от 0,05 до 1,99 вкл. свыше 1,99 до 7,00 вкл.	8,0	11,0
		3,3	4,0

Различие в оценках неопределенности по двум методам составляет более 20%. Очевидно, что эмпирический метод дает более реальную оценку неопределенности, так как наиболее полно учитывает влияние таких источников неопределенности как состояние поверхности образцов, влияние метода и условий измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1 Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. – СПб., 2002. – 140 с.

2 Руководство по выражению неопределенности измерений. – СПб., 1999. – 126 с.

3 Антоновская, Л. И. Разработка метода определения степени устойчивости к биообрастаниям материалов и изделий с биоцидными добавками / Л. И. Антоновская // Молодежь в науке – 2009: прил. к журн. «Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі». – Минск: Белорус. наука, 2009. (в печати).

4 Технический отчет № 1/2007 «ЕВРОЛАБ». Пересмотр неопределенности измерения: альтернативные подходы к оценке неопределенности, 2007. – 54 с.

УДК 637.1./3.07:544.352.2

С.С. Ветохин, доц., канд. физ.-мат. наук;
И.В. Ненартович, асп.; И.В. Подорожная, магистрант (БГТУ, г. Минск)

ПРИМЕНЕНИЕ КРИОСКОПИЧЕСКОГО МЕТОДА ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Введение. В настоящее время известно достаточно много методов обнаружения фальсификации молока, поэтому возникает необходимость их обобщения и систематизации, определение новых возможностей уже известных методов.

Метод криоскопии широко применяется при определении фальсификации молока водой, также возможно применение криоскопического метода для исследования процесса созревания сыра (определяют точку замерзания водной вытяжки из сырной массы), однако область применения этого метода для установления фактов фальсификации может быть существенно расширена. Метод является экспрессным и точным, что позволяет использовать его на предприятиях молочной промышленности [1]. Точку замерзания также можно использовать и для определения количества связанной воды в нем. Известны формулы, связывающие эти два параметра:

$$-LgAw = 4,21 \cdot 10^{-3} \cdot (491,67 - 1,8 \cdot T_{kr}) + 2,07 \cdot 10^{-6} \cdot (491,67 - 1,8 \cdot T_{kr})^2, \quad (1)$$

$$Aw = \frac{1}{(1 + 0,0097 \cdot T_{kr} + C \cdot T_{kr}^2)}, \quad (2)$$