ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54464— 2011

НАПИТКИ СОЛОДОВЫЕ

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Национальный фонд защиты потребителей» (НО «НФЗП») при участии Государственного научного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевой биотехнологии» Россельхозакадемии (ГНУ «ВНИИПБТ» Россельхозакадемии), Национальной ассоциации производителей и дистрибьюторов слабого алкоголя (НАСА)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 176 «Спиртовая, дрожжевая и ликероводочная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 октября 2011 г. № 434-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2011, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Классификация 4
5 Общие технические требования 4
6 Правила приемки 6
7 Методы контроля 6
8 Транспортирование и хранение 7
Приложение А (обязательное) Метод определения массовой концентрации сивушного масла (н-пропанола, изобутилового спирта и изоамилового спирта) 8
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАПИТКИ СОЛОДОВЫЕ

Общие технические условия

Malt beverages. General specifications

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на солодовые напитки.

Требования, обеспечивающие безопасность солодовых напитков, изложены в 5.1.5, требования к качеству — в 5.1.2, 5.1.3, требования к маркировке — в 5.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.579 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

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

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 21 Сахар-песок. Технические условия[1)]

ГОСТ 1349 Консервы молочные. Сливки сухие. Технические условия[2)]

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5060 Ячмень пивоваренный. Технические условия

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6002 Крупа кукурузная. Технические условия

ГОСТ 6016 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6292 Крупа рисовая. Технические условия

ГОСТ 6687.0 Продукция безалкогольной промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6687.2 Продукция безалкогольной промышленности. Методы определения сухих веществ

ГОСТ 6687.4 Напитки безалкогольные, квасы и сиропы. Методы определения кислотности

ГОСТ 6687.5 Продукция безалкогольной промышленности. Метод определения органолептических показателей и объема продукции

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8050 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

[1)] Действует ГОСТ 33222—2015.

[2)] Действует ГОСТ Р 54661—2011.

Издание официальное

ГОСТ 8756.9 Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения осадка в плодовых и ягодных соках и экстрактах

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10117.1 Бутылки стеклянные для пищевых жидкостей. Общие технические условия[1)]

ГОСТ 10117.2 Бутылки стеклянные для пищевых жидкостей. Типы, параметры и основные размеры

ГОСТ 10444.12 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Методы выявления и подсчета количества дрожжей и плесневых грибов

ГОСТ 10444.15 Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

ГОСТ 12786 Пиво. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12788 Пиво. Методы определения кислотности

ГОСТ 13192 Вина, виноматериалы и коньяки. Метод определения сахаров

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18078 Экстракты плодовые и ягодные. Технические условия

ГОСТ 18271 Крупка пшеничная дробленая. Технические условия

ГОСТ 19792 Мед натуральный. Технические условия[2)]

ГОСТ 23285 Пакеты транспортные для пищевых продуктов и стеклянной тары. Технические условия

ГОСТ 24597 Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры

ГОСТ 26927 Сырье и продукты пищевые. Метод определения ртути

ГОСТ 26929 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца

ГОСТ 26933 Сырье и продукты пищевые. Метод определения кадмия

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29224 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29294 Солод пивоваренный ячменный. Технические условия

ГОСТ 30060 Пиво. Методы определения органолептических показателей и объема продукции

ГОСТ 30178 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30538 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты[3)]

ГОСТ Р 51074 Продукты пищевые. Информация для потребителя. Общие требования

ГОСТ Р 51154 Пиво. Методы определения двуокиси углерода и стойкости[4)]

ГОСТ Р 51301 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)[5)]

ГОСТ Р 51474 Упаковка. Маркировка, указывающая на способ обращения с грузами

ГОСТ Р 51619 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Метод определения относительной плотности[6)]

ГОСТ Р 51652 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия[7)]

[1)] Действует ГОСТ 32131—2013.

[2)] Действует ГОСТ Р 54644—2011.

[3)] Действует ГОСТ 12.1.019—2017.

[4)] Действует ГОСТ 32038—2012.

[5)] Действует ГОСТ 33824—2016.

[6)] Действует ГОСТ 32081—2013.

[7)] Действует ГОСТ 5962—2013.

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

ГОСТ Р 51756 Банки алюминиевые глубокой вытяжки с легковскрываемыми крышками. Технические условия[1)]

ГОСТ Р 51766 Сырье и продукты пищевые. Атомно-адсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 51786 Водки и спирт этиловый из пищевого сырья. Газохроматографический метод определения подлинности[2)]

ГОСТ Р 51823 Алкогольная продукция и сырье для ее производства. Метод инверсионно-вольтамперометрического определения содержания кадмия, свинца, цинка, меди, мышьяка, ртути, железа и общего диоксида серы

ГОСТ Р 52054 Молоко коровье сырое. Технические условия

ГОСТ Р 52061 Солод ржаной сухой. Технические условия

ГОСТ Р 52177 Ароматизаторы пищевые. Общие технические условия[3)]

ГОСТ Р 52184 Консервы. Продукция соковая. Соки фруктовые прямого отжима. Технические условия[4)]

ГОСТ Р 52185 Консервы. Соки фруктовые концентрированные. Технические условия[5)]

ГОСТ Р 52451 Меды монофлорные. Технические условия[6)]

ГОСТ Р 52554 Пшеница. Технические условия[7)]

ГОСТ Р 52791 Консервы молочные. Молоко сухое. Технические условия

ГОСТ Р 52814 (ИСО 6579—2002) Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода Salmonella[8)]

ГОСТ Р 52816 Продукты пищевые. Метод выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий)[9)]

ГОСТ Р 53435 Сливки-сырье. Технические условия[10)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **солодовый напиток:** Напиток, приготовленный на основе обработанного сброженного сусла, полученного путем спиртового брожения солода, и/или зернового сырья, и/или продуктов его переработки, крепостью не менее 1,5 % об. и не более 7,0 % об., с добавлением или без добавления сахара и других сахаросодержащих веществ, натуральных пищевых добавок и компонентов, формирующих вкус и аромат солодовых напитков, без добавления хмелепродуктов, этилового спирта, спиртосодержащих пищевых добавок и алкогольной продукции.

[1)] Действует ГОСТ 33748—2016.

[2)] Действует ГОСТ 32039—2013.

[3)] Действует ГОСТ 32049—2013.

[4)] Действует ГОСТ 32101—2013.

[5)] Действует ГОСТ 32102—2013.

[6)] Действует ГОСТ 31766—2012.

[7)] Действует ГОСТ 9353—2016.

[8)] Действует ГОСТ 31659—2012.

[9)] Действует ГОСТ 31747—2012.

[10)] Действует ГОСТ 34355—2017.

3.2 **солодовый коктейль:** Напиток, приготовленный на основе солодового напитка с добавлением в него одного или нескольких следующих ингредиентов: морса, сока и их концентратов, меда и продуктов его переработки, плодово-ягодного и растительного сырья, молочных продуктов.

4 Классификация

4.1 Солодовые напитки по степени насыщения двуокисью углерода подразделяют:
- на негазированные;
- газированные.

4.2 Солодовые напитки по способу обработки изготовляют:
- пастеризованные;
- непастеризованные;
- холодного розлива;
- горячего розлива;
- асептического розлива;
- фильтрованные.

5 Общие технические требования

5.1 Характеристики

5.1.1 Солодовые напитки должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по рецептурам с соблюдением требований, установленных нормативными правовыми актами Российской Федерации[1)].

5.1.2 По органолептическим показателям солодовые напитки должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика солодового напитка	
	Прозрачный	Замутненный
Внешний вид	Прозрачная жидкость, без посторонних включений. Допускается опалесценция	Замутненная жидкость. Допускаются опалесценция, осадок и взвеси, обусловленные особенностями используемого сырья
Цвет	В соответствии с рецептурами на солодовые напитки конкретных наименований	
Вкус и аромат	Освежающий вкус и аромат со специфическими особенностями, обусловленными применяемым сырьем, в соответствии с рецептурами на солодовые напитки конкретных наименований. Допускается дрожжевой оттенок во вкусе и аромате	

5.1.3 Физико-химические показатели солодовых напитков должны соответствовать нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Значение показателя
Массовая доля действительного экстракта, %, не менее	2,0
Объемная доля спирта, %	1,5—7,0
Кислотность, к. ед., не более	10,0
Массовая доля двуокиси углерода, %, не менее (только для газированных напитков)	0,20

[1)] До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1], [2].

Окончание таблицы 2

Наименование показателя	Значение показателя
Массовая концентрация сивушного масла*: н-пропанол, изобутанол, изоамиловый спирт, в пересчете на безводный спирт, мг/100 см^3: не менее не более	 110,0 200,0
Массовая доля осадка, %, не более	2,0
* Сумма массовых концентраций веществ.	

5.1.4 Органолептические, физико-химические показатели, пищевая ценность и сроки годности продуктов, обусловленные особенностями используемого сырья, технологии производства и условиями розлива, должны быть установлены в рецептурах на продукты конкретных наименований.

5.1.5 По показателям безопасности солодовые напитки должны соответствовать требованиям и нормам, установленным нормативными правовыми актами Российской Федерации[1)].

5.1.6 Содержание пищевых добавок в солодовых напитках должно соответствовать нормам, установленным нормативными правовыми актами Российской Федерации[2)].

5.1.7 При производстве не допускается добавление этилового спирта (ректификованного, сырца, коньячного), хмеля и хмелесодержащих пищевых продуктов.

5.1.8 При производстве солодовых напитков не допускается использование спиртосодержащего сырья.

5.2 Требование к сырью

5.2.1 Для изготовления солодовых напитков используют следующее сырье:

- солод пивоваренный ячменный по ГОСТ 29294;
- солод ржаной по ГОСТ Р 52061;
- солод пивоваренный пшеничный;
- вода питьевая по [4];
- несоложенные зернопродукты:
  - ячмень по ГОСТ 5060;
  - пшеница по ГОСТ Р 52554;
  - крупка пшеничная дробленая по ГОСТ 18271;
  - крупа рисовая по ГОСТ 6292;
  - крупа кукурузная по ГОСТ 6002;
- солодовые, ячменно-солодовые экстракты и другие продукты переработки солода и зерна;
- дрожжи пивные низового и верхового брожения, не подвергнутые генно-инженерным модификациям;
- красители пищевые;
- мед по ГОСТ 19792, ГОСТ Р 52451;
- добавки вкусоароматические;
- ароматизаторы пищевые по ГОСТ Р 52177;
- фруктовые соки прямого отжима по ГОСТ Р 52184;
- фруктовые соки прямого отжима холодильного хранения, консервированные методом «горячего розлива», разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- фруктовые концентрированные соки по ГОСТ Р 52185;
- фруктовые концентрированные замороженные соки, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- фруктовые концентрированные асептического консервирования соки, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- виноградное сусло, разрешенное к применению в пищевой промышленности;

[1)] До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [1], [2].

[2)] До введения соответствующих нормативных правовых актов Российской Федерации — нормативными документами федеральных органов исполнительной власти [3].

- концентрированные летучие натуральные ароматообразующие и вкусовые вещества, полученные в процессе концентрирования (уваривания под вакуумом) одноименных фруктовых соков (плотностью 0,97—0,99 г/см^3), разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- фруктовые пюре «горячего розлива», холодильного хранения и асептического консервирования и стерилизованные, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- концентрированные фруктовые пюре асептического консервирования или замороженные, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- фруктовые соки прямого отжима асептического консервирования;
- плодово-ягодные быстрозамороженные пульпа и пюре;
- жидкие основы пряных растений и трав концентрированные, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- экстракты растений, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- экстракты плодовые и ягодные по ГОСТ 18078;
- сухие растительные экстракты, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- двуокись углерода жидкая по ГОСТ 8050;
- сахар-песок по ГОСТ 21 или другие натуральные сахаристые вещества, разрешенные к применению в пищевой промышленности;
- молоко коровье сырое по ГОСТ Р 52054;
- сливки-сырье по ГОСТ Р 53435;
- молоко сухое по ГОСТ Р 52791;
- сливки сухие по ГОСТ 1349.

Допускается применение других ингредиентов, разрешенных к применению в пищевой промышленности, по качеству и безопасности не ниже требований, указанных в настоящем стандарте.

5.2.2 Не допускается использовать при производстве солодовых напитков синтетические подсластители и ортофосфорную кислоту.

5.2.3 Не допускается использовать при производстве синтетические красители, искусственные и идентичные натуральным ароматизаторы.

5.3 Упаковка

5.3.1 Солодовые напитки разливают в стеклянные бутылки по ГОСТ 10117.1, ГОСТ 10117.2, металлические банки по ГОСТ Р 51756 и другие виды потребительской тары, разрешенные к применению в пищевой промышленности.

5.3.2 Пределы допускаемых отрицательных отклонений объема продукта в единице потребительской тары от номинального количества — по ГОСТ 8.579.

Предел допускаемых положительных отклонений объема продукта в единице потребительской тары не ограничивается.

5.3.3 Все укупорочные материалы должны быть разрешены к применению в пищевой промышленности и должны обеспечивать герметичность укупоривания и в контакте с продуктами — сохранение их качества и безопасности.

5.3.4 При укрупнении грузовых мест формирование пакетов с продукцией — по ГОСТ 24597.

5.3.5 Упаковывание продукции, отправляемой в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

5.4 Маркировка

5.4.1 Маркирование потребительской тары — по ГОСТ Р 51074 с указанием: «Чрезмерное употребление алкоголя вредит Вашему здоровью».

5.4.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 и ГОСТ Р 51474.

6 Правила приемки

6.1 Правила приемки — в соответствии с ГОСТ 12786, ГОСТ 6687.0.

6.2 Порядок и периодичность контроля за содержанием алкоголя, токсичных элементов, радионуклидов, нитрозоаминов, микробиологических показателей, ГМО в солодовых напитках устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

7 Методы контроля

7.1 Методы отбора проб — по ГОСТ 12786, 6687.0.

7.2 Определение органолептических показателей — по ГОСТ 30060, ГОСТ 6687.5.

7.3 Определение массовой доли действительного экстракта

Массовую долю действительного экстракта *ДЭ*, %, вычисляют по формуле

$$ДЭ = M_в - 0{,}1M_c/\rho,$$

где $M_в$ — массовая доля сухих веществ по ГОСТ 6687.2, %;

0,1 — коэффициент пересчета, %;

M_c — массовая концентрация сахаров по ГОСТ 13192, г/дм^3;

ρ — плотность напитка по ГОСТ Р 51619, г/см^3.

7.4 Определение объемной доли этилового спирта — по ГОСТ Р 51653.

7.5 Определение кислотности — по ГОСТ 12788, ГОСТ 6687.4.

7.6 Определение массовой доли двуокиси углерода — по ГОСТ Р 51154.

7.7 Подготовка проб к минерализации — по ГОСТ 26929.

7.8 Определение токсичных элементов — по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930, ГОСТ 26932, ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, ГОСТ Р 51301, ГОСТ Р 51766, ГОСТ Р 51823, [5], [6].

7.9 Определение радионуклидов — по [7], [8], [9], [10].

7.10 Определение объема продукта — по ГОСТ 30060.

7.11 Определение полноты налива — по ГОСТ 6687.5.

7.12 Определение количества бактерий группы кишечных палочек — по ГОСТ Р 52816.

7.13 Определение бактерий рода Salmonella — по ГОСТ Р 52814.

7.14 Определение количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов (КМАФАнМ) — по ГОСТ 10444.15.

7.15 Определение суммы дрожжей и плесеней — по ГОСТ 10444.12.

7.16 Определение массовой доли осадка — по ГОСТ 8756.9.

7.17 Определение массовой доли сивушного масла — по ГОСТ Р 51786 и в соответствии с приложением А.

7.18 Допускается применение других аттестованных методов контроля с метрологическими характеристиками не ниже характеристик методов, указанных в данном разделе.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Солодовые напитки транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок, действующими на транспорте конкретных видов.

Пакетирование грузовых мест — по ГОСТ 23285.

8.2 Солодовые напитки транспортируют и хранят при температуре от 0 °С до 10 °С и относительной влажности воздуха не более 85 %.

8.3 Срок годности продукции устанавливает изготовитель в рецептуре на солодовые напитки конкретного наименования.

Приложение А
(обязательное)

Метод определения массовой концентрации сивушного масла (н-пропанола, изобутилового спирта и изоамилового спирта)

А.1 Область применения

Настоящий метод распространяется на солодовые напитки и устанавливает газохроматографический метод определения суммарного содержания н-пропанола, изобутилового спирта и изоамилового спирта.

Диапазоны измерений массовых концентраций определяемых компонентов сивушного масла в солодовых напитках — от 0,1 до 100,0 мг/100,0 $см^3$.

А.2 Метод измерений

А.2.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографическом разделении компонентов сивушного масла в образце напитка и последующем их детектировании пламенно-ионизационным детектором. Продолжительность анализа с использованием капиллярных колонок — 15—20 мин.

А.2.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с.

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 $мм^3$.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 3—1—1—0,5 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2—2—1 по ГОСТ 29169.

Пипетка 2—2—10 по ГОСТ 29169.

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2; цена деления 1 °С, пределы измерения 0 °С — 55 °С по ГОСТ 29224.

Микровиалы вместимостью 2 $см^3$ с завинчивающимися крышками и тефлонированной уплотнительной мембраной.

Компьютер или интегратор, имеющий программное обеспечение.

Колонка хроматографическая капиллярная 50 м × 0,32 мм × 0,52 мкм. Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение определяемых компонентов.

Склянка для хранения градуировочной смеси с пробкой, обеспечивающей герметичность.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

н-Пропанол для хроматографии, х. ч., с массовой долей основного вещества не менее 98,0 %.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Газ-носитель — азот, о. ч., по ГОСТ 9293. Допускается использовать генераторы азота.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022. Допускается использовать генераторы водорода.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации газового хроматографа.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по чистоте и материалов по качеству — не ниже указанных.

А.2.3 Подготовка к выполнению измерений

А.2.3.1 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

А.2.3.2 Кондиционирование капиллярной колонки

Капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 0,048—0,072 $дм^3$/ч при температуре термостата колонок 180 °С в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при рабочей температуре термостата колонок.

А.2.3.3 Приготовление градуировочных смесей

Прибор градуируют по искусственным смесям методом абсолютной градуировки.

А.2.3.3.1 Градуировочные смеси определяемых веществ готовят из веществ с массовой долей основного вещества не менее 98 % и ректификованного спирта с объемной долей этилового ректификованного спирта 10 %.

Градуировочная смесь должна содержать следующие вещества: н-пропанол, изобутиловый спирт, изоамиловый спирт.

А.2.3.3.2 Приготовление градуировочных смесей с объемной долей веществ 0,1 %

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 этилового ректификованного спирта с объемной долей 10 % и пипетками вместимостью 0,5 см^3 вносят по 0,1 см^3 каждого вещества.

Содержимое колбы перемешивают, доводят до метки раствором этилового ректификованного спирта той же концентрации и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

А.2.3.3.3 Приготовление градуировочных смесей с объемной долей веществ 0,01 %

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 этилового ректификованного спирта с объемной долей 10 % и пипетками вместимостью 10 см^3 вносят по 10 см^3 градуировочной смеси с объемной долей веществ 0,1 %. Далее поступают по А.2.3.3.2.

А.2.3.3.4 Приготовление градуировочных смесей с объемной долей компонентов 0,001 %

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 этилового ректификованного спирта с объемной долей 10 % и пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 градуировочной смеси с объемной долей веществ 0,01 %. Далее поступают по А.2.3.3.2.

А.2.3.3.5 Градуировочные смеси готовят при температуре окружающего воздуха 20 °С в вытяжном шкафу.

А.2.3.3.6 Градуировочную смесь хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде. Срок хранения — 6 мес.

Для пересчета объемной доли V, %, определяемого вещества в градуировочной смеси в массовую концентрацию C, мг/100 см^3, используют формулу

$$C = V\,1000\,\rho, \qquad (А.1)$$

где ρ — плотность данного вещества, г/см^3.

А.2.4 Выполнение измерений

А.2.4.1 Измерения выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа:

При работе с капиллярными колонками:

температура термостата колонок.....80 °С — 90 °С;

температура испарителя (инжектора).....120 °С — 140 °С;

коэффициент деления потока.....30:1;

температура детектора.....200 °С — 220 °С;

скорость потока воздуха.....18 дм^3/ч;

скорость потока водорода.....1,8 дм^3/ч;

скорость потока газа-носителя (азот).....0,048—0,072 дм^3/ч;

объем пробы.....1,0 мм^3.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры, обеспечивающих аналогичное разделение определяемых веществ.

А.2.4.2 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа выполняют, используя не менее трех градуировочных смесей, соответствующих началу, середине и концу диапазона измеряемых концентраций.

Записывают хроматограммы анализа каждой градуировочной смеси. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Измерения выполняют не менее двух раз.

Градуировочную характеристику получают, обрабатывая полученные экспериментальные данные методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения. Градуировку хроматографа выполняют не реже одного раза в месяц. Значения градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

А.2.4.3 Анализ образца

В испаритель (инжектор) микрошприцем вместимостью 10, 5 или 1 мм^3 вводят 1 мм^3 образца и выполняют хроматографическое разделение смеси в условиях, указанных в А.2.4.1.

А.2.4.4 Регистрируют пики в области времени удерживания, соответствующего каждому веществу градуировочной смеси. Проводят два параллельных анализа образца.

А.2.5 Обработка результатов измерений

А.2.5.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости. Расхождение между значениями двух параллельных измерений не должно превышать предела повторяемости, значения которого приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Определяемое вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/100 см^3	Предел повторяемости n = 2, при P = 0,95, %	Предел воспроизводимости m = 2, при P = 0,95, %
н-Пропанол, изобутиловый спирт, изоамиловый спирт	От 0,1 до 10,0 включ. От 10,0 до 100,0 включ.	15 10	20 15

Результаты измерений содержания н-пропанола, изобутанола и изопентанола выражают в мг/100 см^3, в пересчете на безводный спирт.

Для пересчета на безводный спирт результаты умножают на коэффициент K, определяемый по формуле

$$K = 100 : P, \quad (A.2)$$

где P — объемная доля этилового спирта в анализируемом образце по ГОСТ Р 51653, %.

Результат определения содержания каждого вещества в солодовом напитке, округленный до первого десятичного знака, представляют в виде

$$\overline{C} \pm \delta \cdot 0{,}01 \cdot \overline{C}, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (A.3)$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации вещества в солодовом напитке в пересчете на безводный спирт, мг/100 см^3;

δ — границы относительной погрешности измерения массовой концентрации каждого вещества, %.

Результаты анализа массовой концентрации сивушного масла представляют как сумму массовых концентраций компонентов сивушного масла, идентифицированных в образце, в мг/100 см^3, в пересчете на безводный спирт.

А.2.6 Характеристика погрешности измерений

Границы относительной погрешности измерений, в процентах, массовой концентрации компонентов сивушного масла в солодовых напитках при $P = 0{,}95$ приведены в таблице А.2.

Таблица А.2

Определяемое вещество	Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/100 см^3	Границы относительной погрешности ± δ, %
н-Пропанол	От 1,0 до 10,0 включ.	15
	Св. 10,0 до 100,0 включ.	10
Спирт изобутиловый	От 1,0 до 10,0 включ.	15
	Св. 10,0 до 100,0 включ.	10
Спирт изоамиловый	От 1,0 до 10,0 включ.	15
	Св. 10,0 до 100,0 включ.	10

А.3 Отбор и подготовка проб

А.3.1 Отбор проб — по ГОСТ 6687.0.

А.4 Требования безопасности

При выполнении измерений следует соблюдать:

- требования при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018;
- требования по электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора;
- требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

А.5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий высшее или среднее образование, опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

Библиография

[1]	СанПиН 2.3.2.1078—2001 с дополнениями и изменениями	Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов
[2]	Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю). Утверждены Решением комиссии Таможенного союза от 28 мая 2010 г. № 299[1)]	
[3]	СанПиН 2.3.2.1293—2003	Гигиенические требования по применению пищевых добавок
[4]	СанПиН 2.1.4.1074—2001	Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества
[5]	МУК 4.1.986—2000	Методика выполнения измерений массовой доли свинца и кадмия в пищевых продуктах и продовольственном сырье методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии
[6]	МУ 5178—90	Методические указания по обнаружению и определению общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции
[7]	МУК 2.6.1.1194—2003	Радиационный контроль. Стронций-90 и цезий-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка
[8]	МУ 5778—91	Стронций-90. Определение в пищевых продуктах
[9]	МУ 5779—91	Цезий-137. Определение в пищевых продуктах
[10]	МУК 2.6.1.1194—2003	Радиационный контроль. Стронций-90 и цезий-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка

[1)] Действует на территории Таможенного союза.

УДК 663.43:006.354 ОКС 67.160.10

Ключевые слова: напитки солодовые, классификация, технические требования, правила приемки, методы контроля, транспортирование и хранение

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *А.В. Софейчук*

Сдано в набор 28.10.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru