МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32912—
2014**

ХМЕЛЕПРОДУКТЫ

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИПБиВП» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 ноября 2014 г. № 1664-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32912—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации 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 . . . 2
4 Классификация . . . 3
5 Технические требования . . . 3
6 Правила приемки . . . 4
7 Методы испытаний . . . 5
8 Транспортирование и хранение . . . 12
Приложение А (справочное) Показатели безопасности . . . 13
Библиография . . . 14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ХМЕЛЕПРОДУКТЫ

Общие технические условия

Hop products. General specifications

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хмелепродукты (хмель гранулированный тип 45 и тип 90, этанольный экстракт хмеля и CO_2-экстракт хмеля), предназначенные для использования в пивоваренной промышленности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1027 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[1)]

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6259 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8050 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

ГОСТ 13496.20 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения остаточных количеств пестицидов

ГОСТ 13586.6 Зерно. Методы определения зараженности вредителями

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14618.11—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей[2)]

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

ГОСТ 17435 Линейки чертежные. Технические условия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

[2)] Действует ГОСТ ISO 875—2014 «Масла эфирные. Метод определения растворимости в этиловом спирте».

Издание официальное

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 21946 Хмель-сырец. Технические условия

ГОСТ 21947 Хмель прессованный. Технические условия

ГОСТ 21948 Хмель-сырец и хмель прессованный. Методы испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26927 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26930 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

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

ГОСТ 30711 Продукты пищевые. Методы выявления и определения содержания афлатоксинов B_1 и M_1

ГОСТ 30726 Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий вида Escherichia coli

ГОСТ 31628 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации мышьяка

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **хмелепродукты:** Продукты, полученные при переработке шишкового хмеля.

3.2 **гранулированный хмель (тип 90):** Высушенный и измельченный хмель, сформированный в гранулы методом продавливания через перфорированную матрицу.

3.3 **гранулированный хмель (тип 45):** Высушенный и измельченный хмель, сформированный в гранулы методом продавливания через перфорированную матрицу и обогащенный лупулином.

3.4 **этанольный экстракт хмеля:** Экстракт, полученный путем экстракции хмеля этиловым спиртом с последующим концентрированием экстракта-сырца и полным удалением спирта.

3.5 **CO_2-экстракт хмеля:** Экстракт, полученный путем экстракции хмеля жидкой двуокисью углерода с последующим ее испарением и получением нелетучего хмелевого экстракта.

3.6 **кондуктометрический показатель горечи хмелепродуктов (КПГ):** Количество альфа-кислот и продуктов превращения альфа- и бета-кислот, обладающих горечью и способных осаждаться уксуснокислым свинцом.

3.7 **мгновенная проба:** Количество хмелепродуктов, взятых единовременно за один прием из большего объема этой же продукции.

3.8 **суммарная проба:** Объединение мгновенных проб хмелепродукта.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

4 Классификация

4.1 По способу производства различают следующие типы гранулированного хмеля: тип 90 и тип 45. Для производства гранулированного хмеля не допускается использование хмеля с несвойственным ему запахом.

4.2 По способу производства различают следующие типы экстрактов хмеля: этанольный экстракт и CO_2-экстракт.

5 Технические требования

5.1 Характеристики

5.1.1 Хмелепродукты должны производиться в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическим инструкциям, с соблюдением требований, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

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

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика хмелепродуктов			
	Гранулированный хмель тип 90	Гранулированный хмель тип 45	Этанольный экстракт	CO_2-экстракт
Внешний вид	Гранулы цилиндрической формы		Густой сироп	Вязкая однородная масса
Цвет	От светло-желто-зеленого до золотисто-зеленого и зеленовато-желтого		От темно-зеленого до темно-зеленого с коричневым оттенком	От светло-зеленого, желтого, до светло-коричневого
Запах	Специфический хмелевой. Не допускается наличие плесневого, прелого, затхлого, сырного, дымного, валерианового или другого постороннего запаха, не свойственного хмелю		Хмелевой при наличии запаха этилового спирта	Хмелевой

5.1.3 По физико-химическим показателям хмелепродукты должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Значение показателей			
	Гранулированный хмель тип 90	Гранулированный хмель тип 45	Этанольный экстракт	CO_2-экстракт
Массовая доля влаги, %	6,0—13,0		Не определяют	
Массовая доля альфа-кислот в пересчете на сухое вещество, %, не менее	2,5		Не определяют	
КПГ, %, не менее	Не определяют		9,0	28,0
Массовая доля золы в пересчете на сухое вещество, %, не более	14,0		Не определяют	
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	Не определяют		60,0	80,0
Массовая доля эфирного масла, %, не менее	Не определяют			1,5

5.1.4 По показателям безопасности хмелепродукты должны соответствовать требованиям, приведенным в приложении А, или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

5.2 Требования к сырью

5.2.1 Для производства гранулированного хмеля (тип 90 и тип 45), этанольного экстракта хмеля и CO_2-экстракта хмеля используют хмель по ГОСТ 21946, ГОСТ 21947. При получении хмелепродуктов допускается использование только разрешенных сортов хмеля, смешивание сортов не разрешено.

5.2.2 При получении экстрактов хмеля в качестве растворителей используют этиловый ректификованный спирт по ГОСТ 5962, жидкую двуокись углерода высокого давления по ГОСТ 8050.

5.3 Упаковка

5.3.1 Упаковка хмелепродуктов должна соответствовать требованиям [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

5.3.2 Гранулированный хмель должен быть расфасован под вакуумом либо с заполнением упаковки инертным газом, азотом и/или двуокисью углерода.

5.3.3 Упаковывание хмелепродуктов, отправляемых в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, — по ГОСТ 15846.

5.4 Маркировка

5.4.1 Маркировка транспортной упаковки с хмелепродуктом должна соответствовать требованиям [2], ГОСТ 14192 или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

5.4.2 Дополнительно указывают:

- тип хмелепродукта;
- ботанический сорт хмеля;
- массовую долю альфа-кислоты или КПГ;
- экстракционный растворитель (для экстрактов хмеля);
- год урожая хмеля, из которого получен хмелепродукт, а также код района культивирования;
- количество упаковок в коробе (при его наличии);
- манипуляционные знаки: «Беречь от влаги», «Беречь от нагрева».

6 Правила приемки

6.1 Приемку хмелепродуктов осуществляют партиями.

Партией считают любое количество хмелепродуктов одного наименования в одинаковых упаковках, произведенное одним изготовителем за определенное время и сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

6.2 Для определения качества хмелепродуктов отбирают выборку, составленную из упаковок, отобранных из разных мест партии. Объем выборки зависит от величины партии и должен соответствовать условиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Хмель гранулированный тип 90 и тип 45		Этанольный экстракт и CO_2-экстракт	
Количество упаковок в партии	Объем выборки	Количество упаковок в партии	Объем выборки
От 1 до 10 включ.	Не менее 3	От 1 до 600 включ.	Не менее 3
От 10 до 50 включ.	Не менее 5	Свыше 600	1 дополнительно на каждые 200 упаковок
Свыше 50	10 % от количества упаковок		

6.3 Приемку гранулированного хмеля проводят по расчетной массе. Для определения расчетной массы гранулированного хмеля устанавливают норму расчетной влажности W = 13 %.

Расчетную массу партии $m_р$, кг, вычисляют по формуле

$$m_р = \frac{m_ф \cdot (100 - w_ф)}{100 - w_р}, \quad (1)$$

где $m_ф$ — масса партии гранулированного хмеля при фактической влажности, кг;
100 — постоянная расчетная величина;
$w_ф$ — фактическая влажность гранулированного хмеля, %;
$w_р$ — расчетная влажность гранулированного хмеля, %.

Пример — Партия гранулированного хмеля массой 1000 кг имеет влажность 7 %. Приводят массу гранулированного хмеля к массе с расчетной влажностью

$$m_р = \frac{1000 \cdot (100 - 7)}{100 - 13}.$$

Расчетная масса гранулированного хмеля $m_р$ = 1068,96 кг.

7 Методы испытаний

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб гранулированного хмеля

7.1.1.1 Из каждой упаковки выборки с гранулированным хмелем на разной глубине отбирают мгновенные пробы по 200 г. Из мгновенных проб составляют суммарную пробу массой не менее 1 кг. Из суммарной пробы методом квартования выделяют лабораторную пробу. Масса пробы для проведения испытаний должна быть 200—250 г.

Лабораторную пробу упаковывают в полиэтиленовый мешок, завязывают шнуром, бечевкой и т. п. и снабжают этикеткой с указанием:

- наименования продукта и адреса поставщика;
- номера и массы партии;
- даты взятия пробы.

Пробу передают в лабораторию для испытаний в течение суток. Испытания проводят в течение десяти дней со дня получения. Пробы хранят в сухих, неотапливаемых, темных помещениях.

7.1.1.2 При разногласиях в оценке качества гранулированного хмеля отбор проб проводят по 7.1.1.1, но масса суммарной пробы в этом случае должна быть не менее 3 кг. Методом квартования из суммарной пробы выделяют лабораторную пробу массой 750 г, которую упаковывают в три полиэтиленовых мешка по 250 г.

Лабораторные пробы опечатывают и снабжают этикетками с указанием:

- наименования продукта и адреса поставщика;
- типа упаковки;
- даты взятия пробы;
- номера и массы партии.

Одну пробу в течение суток отправляют для испытаний в независимую лабораторию, вторую передают представителю поставщика, а третью оставляют у представителя получателя. Испытания проводят в течение десяти дней со дня получения.

7.1.2 Отбор проб этанольного и CO_2-экстрактов

7.1.2.1 Перед отбором проб экстракт хмеля тщательно перемешивают мешалкой из инертного материала (стекло, дерево и др.). Упаковку с CO_2-экстрактом хмеля подогревают на водяной бане до температуры не более 45 °С, открывают и содержимое тщательно перемешивают шпателем из инертного материала.

От каждой попавшей в выборку упаковки отбирают мгновенную пробу экстракта хмеля, масса которой должна быть не менее 50 г. Из мгновенных проб при тщательном перемешивании составляют суммарную пробу, масса которой должна быть не менее 300 г.

Суммарную пробу делят на три равные части. Каждую из них помещают в чистую стеклянную упаковку до полной вместимости, плотно закрывают и хранят при температуре от 0 °С до 5 °С.

7.1.2.2 Каждую лабораторную пробу опечатывают пломбой и снабжают этикеткой, включающей следующие данные:

- наименование хмелевого экстракта;
- наименование и адрес поставщика;
- номер и массу партии;
- год урожая хмеля, из которого получен экстракт;
- количество упаковок;
- дату отбора пробы.

7.1.2.3 Для оценки качества и безопасности экстрактов хмеля одну из трех лабораторных проб передают в течение суток в лабораторию для проведения испытаний.

Испытания проводят в течение 10 дней со дня получения пробы.

7.1.2.4 При получении неудовлетворительных результатов из этой же пробы проводят повторные испытания. Результаты повторных испытаний являются окончательными.

7.1.2.5 При разногласиях в оценке качества и безопасности оставшиеся лабораторные пробы направляют в независимую лабораторию.

7.2 Определение внешнего вида, цвета и запаха гранулированного хмеля

Внешний вид, цвет и запах гранулированного хмеля определяют органолептически. Определение цвета гранулированного хмеля проводят визуально при хорошем дневном освещении. Гранулы разламывают руками, помещают на лист синей бумаги и оценивают цвет. В горсти хмеля определяют наличие посторонних запахов: дымного, плесневого, сырного, валерианового, не свойственных хмелю.

7.3 Определение внешнего вида, цвета и запаха экстрактов хмеля

Внешний вид, цвет и запах экстрактов хмеля определяют органолептически.

Цвет этанольного экстракта определяют при хорошем дневном освещении после нанесения его стеклянной палочкой тонким слоем на лист белой бумаги. Запах экстрактов хмеля определяют при вскрытии упаковки, вдыхая аромат, исходящий от пробы.

7.4 Герметичность упаковки с экстрактом хмеля определяют осмотром. Если упаковка с хмелем нарушена, ее не анализируют.

7.5 Определение массовой доли золы в пересчете на сухое вещество — по ГОСТ 21948.

7.6 Определение массовой доли влаги в гранулированном хмеле

При определении массовой доли влаги лабораторную пробу растирают в фарфоровой ступке и затем определение ведут по ГОСТ 21948.

7.7 Определение массовой доли сухих веществ в экстрактах хмеля

7.7.1 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы экстракта хмеля, взятого из лабораторной пробы, в воздушно-тепловом шкафу при фиксированных параметрах температуры и продолжительности сушки.

7.7.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,5 мг.

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающий создание и поддержание в рабочей зоне высушивания температуры (105 ± 2) °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Бюксы металлические высотой 20 мм и диаметром до 50 мм.

Щипцы тигельные.

Вазелин технический по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

7.7.3 Подготовка к испытанию

Металлические бюксы выдерживают в сушильном шкафу в течение одного часа при температуре 105 °С. Затем бюксы тигельными щипцами помещают в эксикатор для охлаждения, после чего взвешивают с записью точности результата взвешивания до четвертого десятичного знака.

7.7.4 Проведение испытания

Лабораторную пробу экстракта хмеля, предназначенную для испытания, тщательно перемешивают шпателем из инертного материала. 0,3—0,5 г пробы этанольного экстракта хмеля или CO_2-экстракта помещают в металлический бюкс, подготовленный по 7.7.3, закрывают крышкой и взвешивают с записью точности результата взвешивания до четвертого десятичного знака.

Далее бюкс с пробой этанольного экстракта открывают и вращательным движением равномерно распределяют пробу экстракта по дну бюкса. После испарения основной массы спирта бюкс помещают в сушильный шкаф.

Бюкс с пробой CO_2-экстракта после взвешивания открывают, добавляют 3 $см^3$ этилового спирта и вращательным движением равномерно распределяют пробу экстракта по дну бюкса.

Далее бюкс с пробой этанольного экстракта хмеля или CO_2-экстракта помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре (105 ± 2) °С в течение 1,5 ч.

После высушивания бюксы вынимают, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Для каждой партии экстракта хмеля проводят не менее двух испытаний в условиях повторяемости.

7.7.5 Обработка и оформление результатов испытаний

7.7.5.1 Массовую долю сухих веществ в экстракте хмеля C, %, вычисляют по формуле

$$C = \frac{b - c}{a - c} \cdot 100, \qquad (2)$$

где b — масса бюкса с пробой экстракта хмеля после высушивания, г;

c — масса пустого бюкса, г;

a — масса бюкса до высушивания с пробой экстракта хмеля, г;

100 — коэффициент для пересчета от абсолютных значений к процентам.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

7.7.5.2 За окончательный результат испытаний массовой доли сухих веществ в экстрактах хмеля принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости

$$|C_1 - C_2| \le r, \qquad (3)$$

где C_1 и C_2 — результаты испытаний массовой доли сухих веществ в экстрактах хмеля, полученные в условиях повторяемости, %;

r — значение предела повторяемости при $P = 0,95$, $r = 0,5$ %.

При невыполнении условия (3) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных испытаний и установления окончательного результата согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

При получении результатов испытаний в условиях воспроизводимости за результат испытаний массовой доли сухих веществ в экстракте хмеля принимают среднеарифметическое значение результатов испытаний, полученных в двух лабораториях $C_{1лаб}$ и $C_{2лаб}$, при выполнении условия

$$|C_{1лаб} - C_{2лаб}| \le R, \qquad (4)$$

где R — значение предела воспроизводимости при $P = 0,95$, $R = 1,0$ %.

При невыполнении условия (4) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнять процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.2.2, 5.3.2.2).

7.7.5.3 Границы доверительного интервала абсолютной погрешности при определении массовой доли сухих веществ в экстрактах хмеля при $P = 0,95$ составляют ± 1,0 %.

7.7.5.4 Результат испытаний массовой доли сухих веществ в экстрактах хмеля в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$C_{ср} \pm \Delta \text{ при } P = 0,95,$$

где $C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов испытаний, признанных приемлемыми, %;

Δ — значение границ доверительного интервала абсолютной погрешности результатов испытаний (см. 7.7.5.3), %.

7.8 Определение массовой доли альфа-кислот в гранулированном хмеле — по ГОСТ 21948.

7.9 Определение кондуктометрического показателя горечи (КПГ) экстракта хмеля

7.9.1 Сущность метода

Метод основан на изменении электропроводимости раствора при осаждении анионов альфа-кислот и продуктов превращения альфа- и бета-кислот ионами свинца.

7.9.2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,5 мг.

Кондуктометр лабораторный любого типа с платиновым электродом, диапазоном измерений удельной электрической проводимости (УЭП) от 0 до 20 мСм/см и пределами допускаемой относительной погрешности измерений УЭП ± 1,0 % при температуре (20 ± 5) °С. Допускается использование микроамперметра с ценой деления от 0 до 100 мкА, первого класса точности, с платиновыми электродами.

Мешалка магнитная.

Линейка ЛТР-1—300, ЛП-300 по ГОСТ 17435.

Груша резиновая (аспиратор).

Термометр жидкостной лабораторный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С, с ценой деления 1 °С, абсолютной погрешностью ± 1 °С.

Колбы Кн-2—50(100)—22(34) ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(3)—1(2)—2—5(10, 15, 20) по ГОСТ 29227.

Микробюретка 1—2—2—2—0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры мерные 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770.

Воронки делительные ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336.

Стакан химический В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Свинец уксуснокислый кристаллический [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] по ГОСТ 1027, ч. д. а.

Глицерин по ГОСТ 6259.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эфир петролейный, допускается использование н-гексана (C_6H_{14}).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота серная стандарт-титр молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.9.3 Подготовка к испытанию

7.9.3.1 Приготовление спиртового раствора глицерина с объемной долей 5 %

В химический стакан цилиндром отмеривают 5 см^3 глицерина и 95 см^3 этилового спирта. Смесь энергично перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес.

7.9.3.2 Приготовление спиртового раствора глицерина с объемной долей 25 %

В химический стакан цилиндром отмеривают 25 см^3 глицерина и 75 см^3 этилового спирта. Смесь энергично перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес.

7.9.3.3 Приготовление 4%-ного раствора уксуснокислого свинца [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] в 25%-ном спиртовом растворе глицерина

40 г уксуснокислого свинца [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] взвешивают в химическом стакане на весах и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ с помощью 25%-ного спиртового раствора глицерина. Раствор выдерживают 30 мин при температуре 20 °С, затем объем доводят до метки и энергично взбалтывают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 1 мес.

7.9.3.4 Приготовление водного раствора хлористого натрия массовой долей 1 %

10 г хлористого натрия взвешивают в химическом стакане и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ дистиллированной водой. Объем раствора доводят до метки и энергично взбалтывают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.9.3.5 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

8,24 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/$см^3$) разбавляют в химическом стакане дистиллированной водой и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Объем раствора доводят до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.9.3.6 Подготовка лабораторной пробы экстракта хмеля

Для определения КПГ берут 0,3—0,5 г CO_2-экстракта или 1,2—1,5 г этанольного экстракта хмеля. Лабораторную пробу взвешивают в конической колбе с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$ и количественно переносят в делительную воронку при помощи 15 $см^3$ этилового спирта.

Затем при помощи резиновой груши добавляют отмеренные пипетками растворы: 40 $см^3$ петролейного эфира, 30 $см^3$ раствора хлористого натрия массовой долей 1 %, 10 $см^3$ соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Последовательность введения растворов (этиловый спирт — петролейный эфир — соль — кислота) необходимо строго соблюдать и после добавления каждого раствора проводить энергичное перемешивание (взбалтывание).

После полного растворения экстракта хмеля содержимое делительной воронки энергично встряхивают в течение двух-трех минут. Для устранения давления, образующегося при этом внутри воронки, ее периодически переворачивают пробкой вниз и, придерживая пробку рукой, медленно открывают кран воронки. Для разделения фаз делительную воронку с содержимым оставляют в покое на 1 ч.

Верхний слой, полученный после разделения фаз, представляет собой экстракт горьких веществ в петролейном эфире и используется в качестве исходного раствора при определении КПГ.

7.9.4 Проведение испытания

В химический стакан вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой с помощью резиновой груши 10 $см^3$ лабораторной пробы экстракта горьких веществ, полученной по 7.9.3.6, и добавляют 40 $см^3$ 5%-ного спиртового раствора глицерина. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, опускают в него стержень и погружают датчик кондуктометра (или электрод, присоединенный к микроамперметру) до такого уровня, чтобы жидкость покрывала электроды. Носик микробюретки погружают в раствор на три-четыре сантиметра, включают магнитную мешалку и устанавливают на приборе точку отсчета показаний.

Для удобства работы на микроамперметре в качестве начальной точки отсчета показаний принимают 20 мкА. Раствор уксуснокислого свинца при титровании приливают порциями по 0,1 $см^3$ при постоянном перемешивании и записывают показания микроамперметра. С момента резкого изменения силы тока приливают еще четыре-пять порций уксуснокислого свинца и прекращают титрование.

По результатам титрования при помощи линейки строят график. На оси абсцисс откладывают количество уксуснокислого свинца, $см^3$, израсходованного на титрование, а на оси ординат — силу тока I, в мкА, проходящего через раствор, или электрическую проводимость s, $см \cdot 10^{-5}$. Соединением отдельных точек получают кривую, которая сначала проходит почти горизонтально, а затем поднимается под значительным углом вверх. Точка пересечения между продолжением горизонтального и вертикального участков — точка эквивалентности (v), спроектированная на ось абсцисс, соответствует количеству кубических сантиметров уксуснокислого свинца до точки эквивалентности, израсходованному на титрование альфа-кислот и продуктов превращения альфа- и бета-кислот, обладающих горечью (см. рисунок 1).

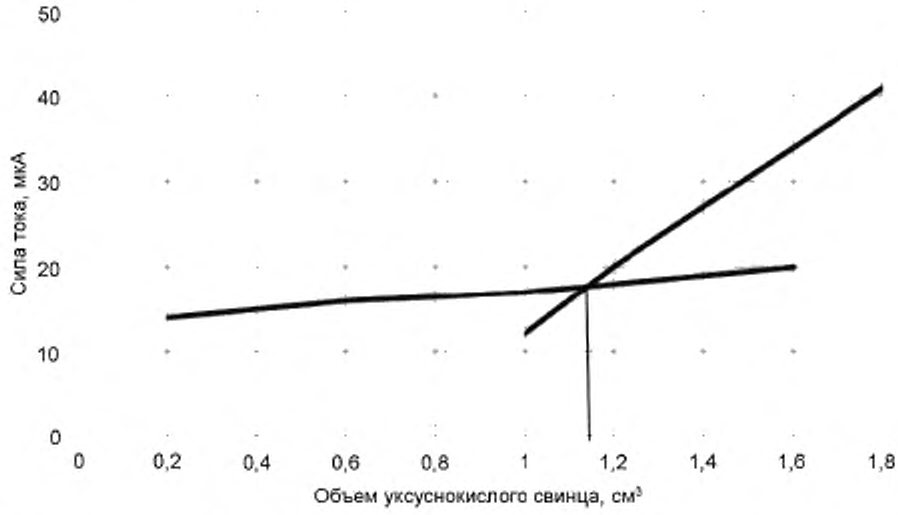

Рисунок 1 — Графическое определение точки эквивалентности для расчета массовой доли альфа-кислот

Примечания

1 При построении графика используют масштаб: 10 мм по оси абсцисс соответствуют 0,2 см^3 уксуснокислого свинца, а на оси ординат 10 мм — 10 мкА или 0,2 см $\cdot 10^{-5}$. При построении графика с указанием величины (*s*) для удобства шкалу по оси ординат целесообразно сдвигать и начинать отсчет не с 0, а с первого целого числа, полученного по показаниям кондуктометра.

2 Прямые проводят через четыре-пять точек, прилегающих к точке эквивалентности.

Для определения КПГ экстракта хмеля проводят не менее двух испытаний.

7.9.5 Определение коэффициента поправки к титру уксуснокислого свинца

В химический стакан вместимостью 100 см^3 при помощи аспиратора (резиновой груши) отбирают пипеткой 5 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм^3, приготовленного из стандарт-титра. Далее добавляют 45 см^3 5%-ного спиртового раствора глицерина и титруют 4%-ным раствором уксуснокислого свинца в 25%-ном спиртовом растворе глицерина тем же способом, как описано в 7.9.4.

Примечание — После включения магнитной мешалки в стакан добавляют 2,0 см^3 4%-ного раствора уксуснокислого свинца и устанавливают начальную точку на 40 мкА.

Раствор уксуснокислого свинца приливают порциями по 0,05 см^3.

По результатам титрования строят график и находят точку эквивалентности (*a*).

Коэффициент поправки *T* к титрованному раствору уксуснокислого свинца вычисляют по формуле

$$T = \frac{2,37}{a}, \quad (5)$$

где 2,37 — постоянный коэффициент;

a — количество уксуснокислого свинца, израсходованного на титрование до точки эквивалентности, см^3.

7.9.6 Обработка результатов испытания

7.9.6.1 КПГ экстракта, %, вычисляют по формуле

$$КПГ = 15,27 \cdot \frac{v \cdot T}{B}, \quad (6)$$

где 15,27 — постоянный коэффициент;

v — объем 4%-ного раствора уксуснокислого свинца, израсходованного на титрование альфа-кислот до точки эквивалентности, см^3;

I — коэффициент поправки к титрованному раствору уксуснокислого свинца (безразмерная величина);

B — масса пробы экстракта хмеля, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

7.9.6.2 За окончательный результат испытаний КПГ экстрактов хмеля (этанольного и CO_2-экстракта) принимают среднеарифметическое значение результатов двух испытаний, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|КПГ_1 - КПГ_2| \le r, \quad (7)$$

где $КПГ_1$ и $КПГ_2$ — результаты испытаний КПГ этанольного экстракта хмеля или CO_2-экстракта хмеля, %;

r — значение предела повторяемости при $P = 0,95$:
для этанольного экстракта хмеля $r = 0,3$ %;
для CO_2-экстракта хмеля $r = 1,0$ %.

При невыполнении условия (7) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных испытаний и установления окончательного результата согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

При получении результатов испытаний в условиях воспроизводимости за результат испытаний КПГ экстрактов хмеля (этанольного и CO_2-экстракта) принимают среднеарифметическое значение результатов испытаний, полученных в двух лабораториях $КПГ_{1лаб}$ и $КПГ_{2лаб}$, при выполнении условия

$$|КПГ_{1лаб} - КПГ_{2лаб}| \le R, \quad (8)$$

где R — значение предела воспроизводимости при $P = 0,95$:
для этанольного экстракта хмеля $R = 0,5$ %;
для CO_2-экстракта хмеля $R = 2,0$ %.

При невыполнении условия (8) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.2.2, 5.3.2.2).

7.9.6.3 Границы доверительного интервала абсолютной погрешности при определении КПГ этанольного экстракта хмеля при $P = 0,95$ составляют ± 0,5 %.

Границы доверительного интервала абсолютной погрешности при определении КПГ CO_2-экстракта хмеля при $P = 0,95$ составляют ± 1,5 %.

7.9.6.4 Результат испытаний КПГ экстрактов хмеля в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$КПГ_{ср} \pm \Delta \text{ при } P = 0,95,$$

где $КПГ_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов испытаний, признанных приемлемыми, %;

Δ — значение границ доверительного интервала абсолютной погрешности результатов испытаний КПГ экстрактов хмеля (см. 7.9.6.3), %.

7.10 Определение массовой доли эфирного масла в CO_2-экстракте хмеля — по ГОСТ 14618.11—78 (раздел 4).

7.11 Определение токсичных элементов:

- свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538;
- мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 30538; ГОСТ 31628;
- кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538;
- ртути — по ГОСТ 26927.

7.12 Определение пестицидов — по ГОСТ 13496.20 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.13 Определение афлатоксина B_1 — по ГОСТ 30711 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.14 Определение зараженности вредителями хлебных запасов — по ГОСТ 13586.6 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.15 Определение микробиологических показателей:

- КМАФАнМ — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- БГКП — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;

- Escherichia coli — по ГОСТ 30726 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- плесени — по ГОСТ 21948 или нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- дрожжи — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт;
- патогенные, в т. ч. сальмонеллы — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Транспортирование и хранение хмелепродуктов проводят в соответствии с требованиями [3] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

8.2 Транспортирование этанольного экстракта хмеля и CO_2-экстракта хмеля в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности проводят по ГОСТ 15846.

8.3 Срок годности и условия хранения хмелепродуктов устанавливает изготовитель в технологических инструкциях на конкретный тип хмелепродукта.

Приложение А
(справочное)

Показатели безопасности

А.1 Показатели безопасности приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Показатели		Допустимые уровни, мг/кг, не более	
		гранулированный хмель	хмелевые экстракты
Токсичные элементы	Свинец	6,0	10,0
	Мышьяк	0,5	1,0
	Кадмий	1,0	1,0
	Ртуть	0,1	0,1
Микотоксины	Афлатоксин B_1	0,005	0,005
Пестициды	Гексахлорциклогексан (α, β, γ-изомеры)	0,1	Не определяют
	ДДТ и его метаболиты	0,1	Не определяют
	Гептахлор	Не допускается	Не определяют
	Алдрин	Не допускается	Не определяют
Вредные примеси	Зараженность вредителями хлебных запасов (насекомые, клещи)	Не допускается	Не определяют
Микробиологические показатели	КМАФАнМ, КОЕ/г, не более	5×10^5	Не определяют
	БГКП, не допускаются, г	0,01	Не определяют
	E. coli, не допускается, г	0,1	Не определяют
	Плесени, КОЕ/г, не более	1×10^3	1×10^3
	Дрожжи, КОЕ/г, не более	100	Не определяют
	Патогенные, в т. ч. сальмонеллы, не допускаются, г	10	Не определяют
Примечание — Содержание пестицидов регламентируется в сырье.			

Библиография

[1] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»
[2] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»
[3] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

УДК 663.423:006.354 МКС 67.160.20

Ключевые слова: хмелепродукты, хмель гранулированный, этанольный экстракт хмеля, CO_2-экстракт хмеля, массовая доля альфа-кислот, кондуктометрический показатель горечи

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Половой*

Сдано в набор 05.11.2019. Подписано в печать 27.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 1,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru