ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕ НАТУРАЛЬНЫЙ РАСТВОРИМЫЙ

Общие технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии (НИИПП и СПТ) с участием специалистов Российского центра испытаний и сертификации РОСТЕСТ — Москва

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 152 «Пищевые концентраты, чай, кофе, натуральные ароматизаторы и красители»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 2 апреля 2002 г. № 122-ст

3 Приложение Б настоящего стандарта представляет собой аутентичный текст ИСО 4052—83 «Кофе. Определение содержания кофеина (эталонный метод)», кроме Б.2 и Б.6

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2008 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© Стандартинформ, 2008

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 Технические требования 3
3.2 Характеристики 3
3.3 Требования к сырью 4
3.4 Упаковка. 4
3.5 Маркировка 4
4 Правила приемки 5
5 Методы анализа 5
6 Транспортирование и хранение 7
Приложение А Способы упаковывания натурального растворимого кофе 8
Приложение Б ИСО 4052—83 Кофе. Определение содержания кофеина (эталонный метод) . . 8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕ НАТУРАЛЬНЫЙ РАСТВОРИМЫЙ

Общие технические условия

Natural instant coffee. General specifications

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на натуральный растворимый кофе, представляющий собой высушенный экстракт натурального жареного кофе, предназначенный для быстрого приготовления горячих и холодных напитков кофе, для реализации в торговой сети, системе общественного питания, промышленной переработки и других целей.

Стандарт распространяется также на декофеинизированный растворимый кофе.

Требования по безопасности натурального растворимого кофе по 3.2.3 (в части массовых долей металлических и посторонних примесей) и 3.2.5, обязательные требования к качеству по 3.1, 3.2.2 и 3.2.3, в части идентификации — по 3.2.4, маркировки — по 3.5.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6656—76 Бумага писчая потребительских форматов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10131—93 Ящики из древесины и древесных материалов для продукции пищевых отраслей промышленности, сельского хозяйства и спичек. Технические условия

ГОСТ 11354—93 Ящики из древесины и древесных материалов многооборотные для продукции пищевых отраслей промышленности и сельского хозяйства. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12120—82 Банки металлические и комбинированные. Технические условия

ГОСТ 13511—2006 Ящики из гофрированного картона для пищевых продуктов, спичек, табачных изделий и моющих средств

ГОСТ 13512—91 Ящики из гофрированного картона для кондитерских изделий. Технические условия

ГОСТ 13515—91 Ящики из тарного плоского склеенного картона для сливочного масла и маргарина. Технические условия

ГОСТ 13516—86 Ящики из гофрированного картона для консервов, пресервов и пищевых жидкостей. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15113.0—77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 15113.1—77 Концентраты пищевые. Методы определения качества упаковки, массы нетто, объемной массы, массовой доли отдельных компонентов, размера отдельных видов продукта и крупности помола

ГОСТ 15113.2—77 Концентраты пищевые. Методы определения примесей и зараженности вредителями хлебных запасов

ГОСТ 15113.4—77 Концентраты пищевые. Методы определения влаги

ГОСТ 15113.8—77 Концентраты пищевые. Методы определения золы

ГОСТ 18510—87 Бумага писчая. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24370—80 Пакеты бумажные и из комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 24508—80 Концентраты пищевые. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения кадмия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ Р 51074—2003 Продукты пищевые. Информация для потребителя. Общие требования

ГОСТ Р 51301—99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов

ГОСТ Р 51766—2001 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 51880—2002 (ИСО 11292—95) Кофе растворимый. Определение массовых долей свободных и общих углеводов. Метод высокоэффективной анионообменной хроматографии

СанПиН 2.1.4.1074—2001 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

СанПиН 2.3.2.1078—2001 Гигиенические требования к безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов

ИСО 3726—83** Кофе растворимый. Определение потери массы при 70 °С и пониженном давлении

ИСО 10095—92** Кофе. Определение содержания кофеина. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

---

* С 01.07.2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе указанного ИСО. Официальный перевод находится во ВНИИКИ.

3 Технические требования

3.1 Натуральный растворимый кофе должен соответствовать требованиям настоящего стандарта и изготавливаться по технологической инструкции и рецептурам с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

3.2 Характеристики

3.2.1 Натуральный растворимый кофе подразделяют на следующие типы:

- порошкообразный;
- гранулированный;
- сублимированный.

3.2.2 По органолептическим показателям натуральный растворимый кофе должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика типов натурального растворимого кофе			Метод анализа
	порошкообразного	гранулированного	сублимированного	
Внешний вид	Мелкодисперсный, хорошо сыпучий порошок, без комков	Хрупкие агломерированные частицы различных форм и размеров, с пористой структурой	Частицы плотной структуры различных форм и размеров, с гладкой или слегка шероховатой поверхностью	По 5.3
		Допускается наличие разрушенных до мелкодисперсного порошка гранул или частиц		
Цвет	От светло- до темно-коричневого, однородный по интенсивности			По 5.3
		Допускается неоднородность по интенсивности		
Вкус и аромат	Выраженные, с различными оттенками, свойственными данному продукту. Не допускаются посторонние привкус и запах			По 5.3

3.2.3 По физико-химическим показателям натуральный растворимый кофе должен соответствовать нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма	Метод анализа
Массовая доля влаги, %, не более:		По 5.4
при выпуске с производства	4,0	
в течение срока хранения	6,0	
Массовая доля кофеина (в пересчете на сухое вещество), %, не менее	2,3	По 5.5
Массовая доля кофеина (в пересчете на сухое вещество) для декофеинизированного кофе, %, не более	0,3	По 5.5
Массовая доля золы (в пересчете на сухое вещество), %, не менее	6,0	По ГОСТ 15113.8
pH (напитка), ед. pH, не менее	4,7	По 5.6
Полная растворимость, мин, не более:		По 5.7
в горячей воде (96—98 °С)	0,5	
в холодной воде (18—20 °С)	3,0	
Массовая доля металлических примесей (частиц не более 0,3 мм в наибольшем линейном измерении), %, не более	$3 \cdot 10^{-4}$	По ГОСТ 15113.2
Посторонние примеси	Не допускаются	По ГОСТ 15113.2

3.2.4 Содержание углеводов в натуральном растворимом кофе не должно превышать нормы, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Наименование показателя	Норма	Метод анализа
Массовая доля углеводов (в пересчете на сухое вещество), %, не более:		По ГОСТ Р 51880
общей глюкозы	2,6	
общей ксилозы	0,6	

3.2.5 Содержание токсичных элементов, афлатоксина B_1 и радионуклидов в натуральном растворимом кофе не должно превышать допустимые уровни, установленные СанПиН 2.3.2.1078.

3.3 Требования к сырью

3.3.1 Для изготовления натурального растворимого кофе применяют зеленый кофе, в т.ч. декофеинизированный, ботанических видов Арабика (Coffea Arabica Linney) и Робуста (Coffea Canephora Pierre), поступающий по импорту и разрешенный в установленном порядке органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

3.4 Упаковка

3.4.1 Натуральный растворимый кофе должен быть упакован так, чтобы обеспечить его качество в течение срока хранения. Рекомендуемые способы упаковывания приведены в приложении А.

3.4.2 Тара и упаковочные материалы должны быть разрешены органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

3.4.3 Предел допускаемых отрицательных отклонений содержимого нетто от номинального количества — по ГОСТ 8.579 и таблице 4.

Таблица 4

Номинальное количество нетто, г	Предел допускаемых отрицательных отклонений	
	в процентах	в граммах
До 50 включ.	9	—
Св. 50 до 100 включ.	—	4,5
» 100 » 200 »	4,5	—
» 200 » 300 »	—	9
» 300 » 500 »	3	—
» 500 » 1000 »	—	15
» 1000 » 10000 »	1,5	—
» 10000 » 15000 »	—	150
» 15000 » 30000 »	1,0	—

3.4.3.1 Предел допускаемых положительных отклонений содержимого нетто упаковочных единиц от номинального количества не ограничивается.

3.4.3.2 Среднее содержимое нетто упаковочной единицы в партии должно быть не менее номинального количества, указанного на упаковочной единице.

3.4.3.3 Количество бракованных упаковочных единиц в партии, не отвечающих требованиям 3.4.3, не должно превышать 2 % размера партии.

3.4.3.4 В партии фасованного натурального растворимого кофе не должно быть ни одной упаковочной единицы, у которой отрицательное отклонение содержимого нетто от номинального количества превышает двойной предел допускаемых отрицательных отклонений, приведенный в таблице 4.

3.5 Маркировка

3.5.1 Маркировка потребительской тары — по ГОСТ Р 51074 с дополнениями по 3.5.1.1.

3.5.1.1 В случае, когда одна организация (компания, фирма) контролирует производственный процесс и качество готового продукта на нескольких предприятиях, допускается на каждой единице потребительской тары (этикетке) указывать также наименование этой организации (компании, фирмы) с нанесением надписи «Изготовлено под контролем (далее наименование этой организации)». При этом на каждую единицу потребительской тары (этикетку) наносят наименование и адрес

организации, уполномоченной изготовителем на принятие претензий от потребителей в Российской Федерации. Наименование такой организации не наносят, если изготовитель (упаковщик) сам принимает претензии от потребителей.

3.5.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от влаги» и «Хрупкое. Осторожно» (для продукта в стеклянной и полимерной потребительской таре).

3.5.2.1 На каждую упаковочную единицу транспортной тары наносят маркировку, характеризующую продукт:

- наименование изготовителя, его товарный знак (при наличии) и адрес;
- наименование продукта;
- тип натурального растворимого кофе;
- массу нетто упаковочной единицы;
- количество упаковочных единиц;
- дату изготовления и упаковывания;
- срок хранения с даты изготовления;
- обозначение настоящего стандарта.

4 Правила приемки

4.1 Правила приемки — по ГОСТ 15113.0.

4.2 Органолептические и физико-химические (кроме массовых долей кофеина и золы) показатели контролируют в каждой партии.

4.3 Массовые доли кофеина и золы контролируют при разногласиях в оценке качества натурального растворимого кофе.

4.4 Массовую долю углеводов контролируют при сертификации натурального растворимого кофе, а также при разногласиях в оценке его качества.

4.5 Контроль за содержанием токсичных элементов, афлатоксина B_1 и радионуклидов осуществляют в соответствии с порядком и периодичностью, установленными изготовителем продукции по согласованию с территориальными органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

4.6 При получении неудовлетворительных результатов контроля показателей качества и безопасности, указанных в 4.2 — 4.5, проводят повторный контроль из новой выборки удвоенного объема, взятой из той же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При превышении норм, указанных в таблице 3, хотя бы по одному из углеводов (общей глюкозе или общей ксилозе), исследуемый кофе должен быть расценен как фальсифицированный.

4.7 Каждую партию натурального растворимого кофе сопровождают удостоверением качества и безопасности, в котором изготовитель удостоверяет соответствие его качества и безопасности требованиям настоящего стандарта.

5 Методы анализа

5.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 15113.0. Подготовка проб для определения содержания токсичных элементов — по ГОСТ 26929.

5.2 Методы анализа — по 3.2.2—3.2.4 и по 5.3—5.10.

5.3 Определение органолептических показателей

Метод заключается в оценке внешнего вида, цвета, вкуса и аромата.

5.3.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г 3-го класса точности.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления шкалы не более 1 °С по ГОСТ 28498.

Стаканы типов В(Н)-1(2)-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан фарфоровый вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Цилиндры 1(3)-250 по ГОСТ 1770.

Бумага белая по ГОСТ 6656, ГОСТ 18510.

Вода питьевая по СанПиН 2.1.4.1074.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательных устройств, метрологические и технические характеристики которых не ниже указанных.

5.3.2 Порядок проведения анализа

Органолептические показатели определяют в следующей последовательности: внешний вид и цвет, аромат и вкус.

5.3.2.1 Внешний вид и цвет определяют визуально при ярком рассеянном дневном свете или люминесцентном освещении в части объединенной пробы продукта, помещенной на лист белой бумаги ровным слоем.

5.3.2.2 Аромат определяют как в сухом продукте, так и в напитке. Вкус определяют только в напитке. Для приготовления напитка навеску кофе массой 2,5 г помещают в фарфоровый или стеклянный стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при помешивании в 150 $см^3$ горячей кипяченой воды температурой 96—98 °С.

5.4 Определение массовой доли влаги

5.4.1 Определение массовой доли влаги в натуральном растворимом кофе проводят по ГОСТ 15113.4.

5.4.1.1 При определении массовой доли влаги по ГОСТ 15113.4 (п. 2) допускается взамен сушильного шкафа использовать галогенный анализатор влагосодержания типа HR73, HG53 («Mettler-Toledo AG») или аналогичных в соответствии с инструкцией к прибору.

5.4.2 Определение массовой доли влаги в натуральном растворимом кофе допускается проводить по ИСО 3726.

5.5 Определение массовой доли кофеина — по ИСО 10095.

5.5.1 Определение массовой доли кофеина при разногласиях проводят в соответствии с приложением Б.

5.6 Определение pH

Метод основан на измерении разности потенциалов между двумя электродами (измерительным и электродом сравнения), погруженными в исследуемую среду.

5.6.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

pH-метр лабораторный, предел допускаемой основной погрешности измерения не более ± 0,05 ед. pH.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г 3-го класса точности.

Колбы 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В(Н)-1(2)-250 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)-50(250) по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Колбы П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36-50(80) ХС, В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательных устройств, метрологические и технические характеристики которых не ниже указанных.

5.6.2 Подготовка к проведению анализа

Подготовку к анализу начинают с калибровки pH-метра по соответствующим буферным растворам согласно инструкции по эксплуатации прибора.

5.6.3 Порядок проведения анализа

Перед каждым проведением анализа электроды тщательно промывают дистиллированной водой.

Для определения pH навеску кофе массой 2,5 г помещают в стакан и наливают 150 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, отбирают 50 $см^3$ раствора в стакан, погружают в него электроды. Электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Результат измерения записывают после того, как показания прибора примут установившееся значение.

В промежутках между измерениями электроды погружают в стакан с дистиллированной водой.

Проводят два параллельных измерения.

5.6.4 Правила обработки результатов измерения

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений pH с округлением до первого десятичного знака. Абсолютное расхождение между измерениями не должно превышать 0,1.

Абсолютное расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 0,15.

Пределы абсолютной погрешности метода ± 0,1.

5.7 Определение полной растворимости

Метод заключается в определении продолжительности растворения навески кофе в горячей и холодной воде.

5.7.1 Средства анализа и вспомогательные устройства

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г 3-го класса точности.

Стаканы В(Н)-1(2)-250 ТС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления шкалы не более 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер механический.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.7.2 Порядок проведения анализа

Навеску кофе массой 2,5 г помещают в стеклянный стакан и растворяют при помешивании в 150 $см^3$ горячей 96—98 °С воды. Аналогично проводят растворение навески в холодной 18—20 °С воде.

Продолжительность растворения кофе регистрируют по секундомеру.

Растворимость считают неполной, если через 0,5 мин растворения в горячей воде (или 3 мин в холодной воде) на дне стакана остаются нерастворимые частицы, или если после прекращения помешивания выпадает осадок.

5.8 Определение токсичных элементов — по ГОСТ 26927, ГОСТ 26930, ГОСТ 26932, ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538, ГОСТ Р 51301 и ГОСТ Р 51766.

5.9 Определение радионуклидов и афлатоксина B_1 проводят по методам, утвержденным органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

5.10 Определение качества упаковки, маркировки и массы нетто — по ГОСТ 15113.1, ГОСТ Р 51074 и ГОСТ 8.579.

6 Транспортирование и хранение

6.1 Транспортирование и условия хранения — по ГОСТ 24508.

6.2 Срок хранения натурального растворимого кофе — не более 24 мес со дня изготовления; в пленочных мешках-вкладышах — не более 3 мес со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Способы упаковывания натурального растворимого кофе

А.1 Упаковывание в потребительскую тару

А.1.1 Натуральный растворимый кофе фасуют массой нетто от 1,0 г до 500,0 г включительно. Допускается по условиям договора для предприятий общественного питания, промышленной переработки и других потребителей фасовать натуральный растворимый кофе массой нетто более 500,0 г до 10000,0 г включительно.

А.1.2 Натуральный растворимый кофе упаковывают в:

- банки металлические по ГОСТ 12120 или по техническому документу;
- банки стеклянные, банки из полимерных материалов — по нормативному или техническому документу;
- пакеты по ГОСТ 24370 из комбинированных термосвариваемых материалов на основе алюминиевой фольги или металлизированной пленки;
- мешки-вкладыши полиэтиленовые пленочные по ГОСТ 19360 — по условиям договора для предприятий общественного питания, промышленной переработки и других потребителей.

А.1.3 Допускается пакеты по ГОСТ 24370 с натуральным растворимым кофе комплектовать и укладывать в дополнительную потребительскую тару (групповая упаковка) по нормативному и техническому документу.

А.2 Упаковывание в транспортную тару

А.2.1 Фасованный натуральный растворимый кофе упаковывают в транспортную тару:

- термоусадочную пленку (групповая упаковка) по нормативному и техническому документу;
- ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13511, ГОСТ 13512, ГОСТ 13516 и ящики из картона по ГОСТ 13515 массой нетто до 20 кг;
- ящики из древесины и древесных материалов по ГОСТ 10131, ящики из древесины и древесных материалов многооборотные № 1-22, 25-33 по ГОСТ 11354 массой нетто до 25—30 кг.

А.2.2 Фасованный натуральный растворимый кофе по условиям договора для предприятий общественного питания, промышленной переработки и других потребителей упаковывают в:

- мешки бумажные четырехслойные по ГОСТ 2226 массой нетто до 30 кг — для перевозок автомобильным транспортом;
- мешки бумажные пяти-шестислойные или бумажные четырехслойные, вложенные в мешки по ГОСТ 30090 массой нетто до 30 кг — для перевозок железнодорожным транспортом.

А.3 Допускается по условиям договора использовать аналогичные указанным в А.1 и А.2 отечественные и импортные виды потребительской и транспортной тары по нормативному или техническому документу.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

ИСО 4052—83

Кофе. Определение содержания кофеина (эталонный метод)

Введение

Описанный метод был выбран после сравнительного изучения нескольких альтернативных подходов: он отличается широтой сферы применения, воспроизводимостью результатов, специфичностью, легкостью использования и быстротой получения результатов.

Однако этот метод весьма чувствителен к условиям его применения, поэтому существенно, чтобы приводимые здесь инструкции выполнялись во всех деталях.

Б.1 Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает эталонный метод определения массовой доли кофеина в кофе.

Нижний предел прослеживаемой массовой доли кофеина составляет 0,02 % в пересчете на сухое вещество.

Б.2 Ссылки

ГОСТ 15113.0—77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 15113.4—77 Концентраты пищевые. Методы определения влаги

ИСО 3726—83 Кофе растворимый. Определение потери массы при 70 °С и пониженном давлении

Б.3 Сущность метода

Метод заключается в обработке кофе раствором аммиака с целью извлечения кофеина из пробы кофе, очистке кофеина чистым диэтилэфиром на двух колонках (первая — со щелочной средой, вторая — с кислой

средой), извлечении кофеина чистым хлороформом из раствора диэтилового эфира и определении его массовой доли спектрофотометрическим методом.

Б.4 Реактивы

Все реактивы должны быть удостоверяемого аналитического качества. Применяемая вода должна быть дистиллированной или, по крайней мере, иметь соответствующую чистоту.

Б.4.1 Серная кислота. Раствор массовой концентрации 200 г/дм^3 [молярной концентрации (H_2SO_4) = = 2 моль/дм^3].

Б.4.2 Едкий натр. Раствор массовой концентрации 80 г/дм^3 [молярной концентрации (NaOH) = = 2 моль/дм^3].

Б.4.3 Диатомовая земля

Использование этого материала обеспечивает извлечение не менее 98 % кофеина, содержащегося в анализируемой пробе.

Примечание — Подходящим материалом является Celite 545.

Б.4.4 Аммиак. Раствор массовой концентрации 70 г/дм^3 (одна часть концентрированного раствора аммиака ρ_{20} = 0,9 г/см^3 + две части воды).

Б.4.5 Диэтиловый эфир чистый или повторно очищенный (Б.7.3) хроматографическим способом и насыщенный водой.

Для хроматографической очистки пропускают 800 см^3 диэтилового эфира через хроматографическую колонку, содержащую 100 г основной окиси алюминия 1-го класса активности. Повторно очищенный таким образом диэтиловый эфир до использования должен содержаться в темных бутылях.

Примечание — Вместо повторно очищенного хроматографическим способом материала может применяться недавно перегнанный и свободный от пероксидов диэтиловый эфир.

Б.4.6 Кофеин [1, 3, 7-триметил-2, 6-диоксопурин ($C_8H_{10}O_2N_4H_2O$)], чистый безводный.

Б.4.7 Хлороформ чистый или повторно очищенный (Б.7.3) хроматографическим способом, как это описано в Б.4.5, и насыщенный водой.

Б.5 Аппаратура

Б.5.1 Хроматографические колонки (см. рисунок Б.1) длиной 250 мм, внутренним диаметром 21 мм (колонка *1*) и 17 мм (колонка *2*), с кранами, предпочтительно из политетрафторэтилена (ПТФЭ).

Б.5.2 Спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим производить исследования при длине волны 276 нм (с точностью до 0,004 единиц оптической плотности в рамках используемого диапазона) с допускаемой абсолютной погрешностью измерения не более 1 %.

Б.5.3 Кюветы кварцевые толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Б.5.4 Обычное лабораторное оборудование, включая:

Б.5.4.1 химические стаканы вместимостью 100 см^3;

Б.5.4.2 баню водяную;

Б.5.4.3 мерные колбы с одной меткой вместимостью 50, 100 и 1000 см^3;

Б.5.4.4 пипетки вместимостью 2 и 5 см^3 с одной меткой;

Б.5.4.5 весы лабораторные по ГОСТ 24104 с НПВ 200 г 2-го класса точности.

Б.6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 15113.0.

Б.7 Проведение анализа

Б.7.1 Подготовка анализируемого образца

Б.7.1.1 Рассчитывают массовую долю сухого вещества в анализируемом образце после определения массовой доли влаги — по ГОСТ 15113.4 или ИСО 3726.

Б.7.1.2 Навеску натурального растворимого кофе массой (0,500 ± 0,001) г помещают в химический стакан вместимостью 100 см^3 (Б.5.4.1), добавляют 5 см^3 раствора аммиака (Б.4.4) и помещают в кипящую водяную баню (Б.5.4.2) на 2 мин. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (Б.5.4.3) и дистиллированной водой доводят объем до метки, тщательно перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. С помощью пипетки (Б.5.4.4) отбирают 2 см^3 полученного раствора, помещают в химический стакан вместимостью 100 см^3 (Б.5.4.1), добавляют 3 г диатомовой земли (Б.4.3) и тщательно перемешивают.

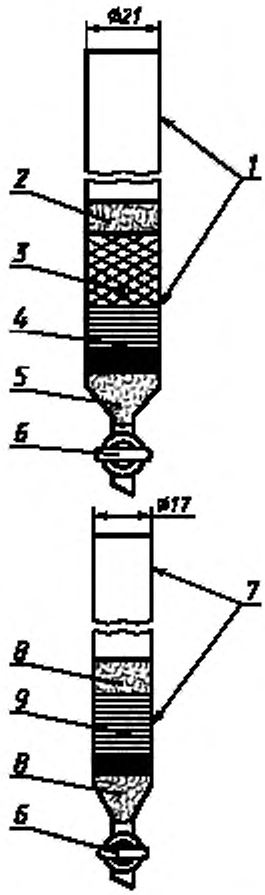
Б.7.1.3 Навеску декофеинизированного растворимого кофе массой (0,500 ± 0,001) г помещают в химический стакан вместимостью 100 см^3 (Б.5.4.1), добавляют 5 см^3 раствора аммиака (Б.4.4) и помещают в кипящую водяную баню (Б.5.4.2) на 2 мин. Добавляют 6 г диатомовой земли (Б.4.3) и тщательно перемешивают.

Б.7.2 Определение массовой доли кофеина

Б.7.2.1 Заполнение колонок

Б.7.2.1.1 Колонка *1* (щелочная) (рисунок Б.1)

Тщательно перемешивают 3 г диатомовой земли (Б.4.3) с 2 см^3 раствора едкого натра (Б.4.2) до получения однородной смеси. (Материал для заполнения колонки может быть подготовлен заранее и храниться в закрытых емкостях. Для каждой щелочной колонки требуется 5,16 г смеси). Полученный влажный порошок переносят



1 — колонка *1* (щелочная) длиной 250 мм; *2* — хлопковая вата или стекловата; *3* — смесь диатомовой земли и анализируемого образца; *4* — 3 г диатомовой земли и 2 см^3 NaOH (5,16 г), *5* — хлопковая вата или стекловата; *6* — кран, предпочтительно из политетрафторэтидена; *7* — колонка *2* (кислотная) длиной 250 мм; *8* — стекловата; *9* — 3 г диатомовой земли и 3 см^3 H_2SO_4 (6,36 г)

Рисунок Б.1 — Колонки для определения массовой доли кофеина

частями, примерно по 2 г, в хроматографическую колонку диаметром 21 мм (Б.5.1), нижняя часть которой заполнена набивкой из хлопковой ваты или стекловаты. Без особого усилия уплотняют смесь после каждого добавления материала, применяя для этого стеклянную палочку, до образования однородного и плотного слоя.

Переносят в щелочную колонку слой смеси, подготовленной по Б.7.1.2 или Б.7.1.3. Для исключения потерь кофеина химический стакан дважды очищают порциями диатомовой земли по 1 г и также помещают в щелочную колонку. Поверх кладут слой хлопковой ваты или стекловаты.

Б.7.2.1.2 Колонка *2* (кислотная) (рисунок Б.1)

Тщательно перемешивают 3 г диатомовой земли (Б.4.3) с 3 см^3 раствора серной кислоты (Б.4.1) до получения однородной смеси. (Материал для заполнения колонки может быть подготовлен заранее и храниться в закрытых емкостях. Для каждой кислотной колонки требуется 6,36 г смеси). Полученный влажный порошок переносят частями, примерно по 3 г, в хроматографическую колонку диаметром 17 мм (Б.5.1), нижняя часть которой заполнена набивкой из стекловаты. Без особого усилия уплотняют смесь после каждого добавления материала, применяя для этого стеклянную палочку, до образования однородного и плотного слоя. Поверх кладут слой стекловаты.

Б.7.2.1.3 Очистка и извлечение кофеина

Устанавливают колонки одну над другой так, чтобы жидкость из щелочной колонки прямо стекала в кислотную колонку. Пропускают постепенно 150 см^3 диэтилового эфира (Б.4.5) через обе колонки.

Кран колонки *2* регулируют так, чтобы на поверхности содержимого в колонке остался тонкий слой жидкости. После этого колонку *1* убирают, а через колонку *2* пропускают еще 50 см^3 диэтилового эфира. Вытекающую из колонки *2* жидкость сливают в отходы. (Используемый диэтиловый эфир может быть восстановлен взбалтыванием его с сернокислым железом).

Избыточное количество диэтилового эфира удаляют с помощью вакуум-насоса или резиновой груши до тех пор, пока не прекратится стекание капель диэтилового эфира из колонки, и выходящий из крана воздух не будет нести лишь слабый запах диэтилового эфира.

Для извлечения кофеина через колонку *2* пропускают 45—50 см^3 хлороформа (Б.4.7), который собирают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 с одной меткой (Б.5.4.3), и доводят объем до метки хлороформом. Полученную смесь тщательно перемешивают.

Краны колонок регулируют так, чтобы скорость жидкости (хлороформа и диэтилового эфира) не превышала 3 см^3/мин и обеспечивала равномерное прохождение жидкости через все содержимое колонок.

Во избежание вдыхания паров растворов диэтилового эфира и хлороформа и возможности взрыва их добавление должно проводиться в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

Б.7.2.2 Спектрометрические измерения

Б.7.2.2.1 Спектрометрическое измерение анализируемого раствора

На спектрофотометре (Б.5.2) измеряют оптическую плотность полученного раствора в кварцевой кювете (Б.5.3) по отношению к чистому насыщенному водой хлороформу при длине волны 276 нм, соответствующей максимуму спектра поглощения кофеина, и при длинах волн на 30 нм выше и ниже этого значения — для подтверждения чистоты полученного кофеина.

Если максимальная оптическая плотность превышает предел измерений используемого прибора, необходимо повторить измерение на разбавленном растворе кофеина в хлороформе. Проведенное разбавление необходимо учитывать при расчете содержания кофеина (раздел 8). Если максимальная измеренная оптическая плотность менее 0,2, следует повторить анализ, используя большую навеску анализируемого образца натурального растворимого кофе.

Б.7.2.2.2 Подготовка и спектрометрическое измерение контрольного раствора

Навеску чистого кофеина (Б.4.6) массой (0,100 ± 0,001) г помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 (Б.5.4.3), растворяют в хлороформе и доводят до метки. Пипеткой (Б.5.4.4) отбирают 5,0 см^3 полученного раствора, помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 см^3 (Б.5.4.3) и доводят хлороформом до метки.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора согласно Б.7.2.2.1. Скорректированная оптическая плотность контрольного раствора (раздел 8) должна быть около 0,4.

Б.7.3 Контрольный анализ

Контрольный анализ проводят на реактивах, используя описанную выше процедуру, но без анализируемого образца.

Перед использованием повторно очищенных хроматографическим способом реактивов (Б.4.5 и Б.4.7) повторяют контрольный анализ для оценки их чистоты.

Б.8 Правила обработки результатов анализа

Б.8.1 Массовую долю кофеина X, %, в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{25 \cdot 10^9 \, c \, A_1}{A_2 \, m \, P}. \qquad (Б.1)$$

Для декофеинизированного растворимого кофе формула Б.1 имеет вид:

$$X = \frac{5 \cdot 10^8 \, c \, A_1}{A_2 \, m \, P},$$

где c — массовая концентрация кофеина в контрольном растворе (рассчитывают по Б.7.2.2.2), г/дм^3;

A_1 — скорректированная оптическая плотность очищенного экстракта:

$$A_1 = (A_1)_\lambda - \frac{(A_1)_{\lambda - 30\ нм} + (A_1)_{\lambda + 30\ нм}}{2}; \qquad (Б.2)$$

λ — длина волны, соответствующая максимуму спектра поглощения кофеина, (276 нм);

A_2 — скорректированная оптическая плотность контрольного раствора кофеина:

$$A_2 = (A_2)_\lambda - \frac{(A_2)_{\lambda - 30\ нм} + (A_2)_{\lambda + 30\ нм}}{2}; \qquad (Б.3)$$

m — масса анализируемого образца натурального растворимого кофе, г;

P — массовая доля сухого вещества, % (Б.7.1.1).

Б.8.2 Требования к точности результатов измерений

Б.8.2.1 За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми при $P = 0,95$ не должно превышать:

- 0,17 % для натурального растворимого кофе массовой долей кофеина (4,0 ± 0,4) %;
- 0,12 % для натурального растворимого кофе массовой долей кофеина (2,0 ± 0,2) %;
- 0,01 % для декофеинизированного растворимого кофе массовой долей кофеина не более 0,3 %.

Допускаемое абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений для натурального растворимого кофе массовой долей кофеина в интервалах от 0,3 % до 1,8 % и от 2,2 % до 3,6 % определяют методом линейной интерполяции.

Б.8.2.2 Абсолютное расхождение между результатами двух измерений (проведенных в двух различных лабораториях) при $P = 0,95$ не должно превышать:

- 0,39 % для натурального растворимого кофе массовой долей кофеина (4,0 ± 0,4) %;
- 0,2 % для натурального растворимого кофе массовой долей кофеина (2,0 ± 0,2) %;
- 0,01 % для декофеинизированного растворимого кофе массовой долей кофеина не более 0,3 %.

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений (проведенных в двух различных лабораториях) для натурального растворимого кофе массовой долей кофеина в интервалах от 0,3 % до 1,8 % и от 2,2 % до 3,6 % определяют методом линейной интерполяции.

УДК 663.938.8:006.354 ОКС 67.140.20 Н56 ОКП 91 9811

Ключевые слова: натуральный растворимый кофе — порошкообразный, гранулированный, сублимированный, декофеинизированный, органолептические и физико-химические показатели, углеводы, токсичные элементы, методы анализа, упаковывание, маркировка, транспортирование, хранение

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 08.02.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,40. Тираж 106 экз. Зак. 114.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru o@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru