МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34798— 2021

ПРОДУКЦИЯ ПИВОВАРЕННАЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации полифенолов

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИПБиВП — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 ноября 2021 г. № 145-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2021 г. № 1550-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34798—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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 Сущность метода 2
4 Условия проведения определений 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Подготовка к проведению определений 3
7.1 Подготовка фотоэлектроколориметра к работе 3
7.2 Приготовление раствора карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) с массовой концентрацией 10 г/дм^3 . . 3
7.3 Приготовление раствора лимонно-аммиачного железа (III) с массовой концентрацией 35 г/дм^3 . . 3
7.4 Подготовка раствора аммиака 3
7.5 Подготовка пробы 3
7.6 Подготовка контрольной и основной проб к выполнению определений 4
8 Проведение определений 4
9 Обработка результатов определений 4
10 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости . . . 5
11 Контроль качества результатов определений при реализации методики в лаборатории 6
12 Требования безопасности 6
Приложение А (обязательное) Идентификационные диапазоны 7

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ПИВОВАРЕННАЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации полифенолов

Brewing products. Identification.
Photoelectrocalorimetric method of determination of mass concentration of polyphenols

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пивоваренную продукцию (пиво, пиво специальное, пивные напитки) с объемной долей этилового спирта не менее 0,3 об %, а также пивное сусло, и устанавливает фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации полифенолов.

Идентификационные диапазоны массовой концентрации полифенолов в пивном сусле, пиве, пиве специальном и пивных напитках — в соответствии с приложением А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

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

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709*) Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12786 Пиво. Правила приемки и методы отбора проб

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

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

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

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 о указателям 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 Сущность метода

Метод фотоэлектроколориметрического определения основан на измерении оптической плотности окрашенного раствора соединения полифенолов с лимонно-аммиачным железом (III) в щелочной среде с последующим количественным пересчетом оптической плотности на массовую концентрацию полифенолов.

4 Условия проведения определений

При выполнении измерений массовой концентрации полифенолов соблюдают следующие условия:
- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление (84,0—106,3) кПа;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- напряжение переменного тока ($220\pm^{22}_{33}$) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Фотоэлектроколориметр со светофильтром λ (590±10 нм) и кюветами с номинальной толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Весы неавтоматического действия класса точности I с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,1 г по ГОСТ OIMLR 76-1

Пипетки 1(2)-2-1-1, 1(2)-2-1-10, 1(2)-2-1-20 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1(3)-50-2, 1(3)-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1(2)-25(100)-1(2), 1(2)-1000-1(2) по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1(2)-500-18-ТС по ГОСТ 25336.

Секундомер любого типа, или таймер механический.

Пробирки П-2-10(20)-0,1(0,2) по ГОСТ 1770.

Стаканы В (Н)-1-100 (600) $см^3$ ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В по ГОСТ 25336.

*) Утратил силу на территории Российской Федерации. С 01.07.2019 действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

Пробирки ПЗ-50 ХС по ГОСТ 25336.
Палочки стеклянные.
Трубка стеклянная.
Лабораторная центрифуга с частотой вращения не менее 4000 мин$^{-1}$.
Аппарат для встряхивания проб.
Карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ), х.ч., с содержанием основного вещества не менее 98 %.
Трилон Б (динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты), х.ч. по ГОСТ 10652.
Лимонно-аммиачное железо (III) зеленое (содержание Fe 16 %).
Аммиак водный по ГОСТ 3760 плотностью 0,907 г/см^3 с массовой долей аммиака не менее 25 %.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже, а также посуды, материалов и реактивов по качеству не ниже указанных.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 12786.

7 Подготовка к проведению определений

7.1 Подготовка фотоэлектроколориметра к работе

Подготовку фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

7.2 Приготовление раствора карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) с массовой концентрацией 10 г/дм^3

В стеклянный стакан вносят 500 см^3 дистиллированной воды и медленно, при перемешивании прибавляют (10,0±0,1) г КМЦ и (2,0±0,01) г трилона Б.

До полного растворения смесь выдерживают (1—3) ч, периодически перемешивая. Затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор должен быть прозрачным. В случае необходимости его центрифугируют в течение 3 мин при частоте вращения центрифуги 2500 об/мин.

Раствор хранят не более 1 мес при температуре (20±5)°С.

7.3 Приготовление раствора лимонно-аммиачного железа (III) с массовой концентрацией 35 г/дм^3

(3,5±0,01) г лимонно-аммиачного железа (III), содержащего 16 % железа (Fe), растворяют при постоянном перемешивании стеклянной палочкой в стеклянном стакане в 50 см^3 дистиллированной воды; после чего раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор должен быть прозрачным.

При использовании реактива с содержанием железа менее или более 16 % необходимо сделать математический пересчет перед приготовлением раствора нужной концентрации.

Раствор хранят не более недели при температуре воздуха (20±5)°С.

7.4 Подготовка раствора аммиака

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 с пришлифованной пробкой вносят (15±2) см^3 аммиака водного 25 % и используют перед каждым определением.

7.5 Подготовка пробы

7.5.1 Подготовка пробы прозрачного пива, пивного напитка или пива специального (образец)

Образец перед испытанием освобождают от двуокиси углерода, для чего (100—150) см^3 образца помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, колбу закрывают пробкой с отверстием, через

которое пропущена стеклянная трубка, закрепляют на аппарате для встряхивания и встряхивают в течение (15—20) мин.

7.5.2 Подготовка пробы мутного пивного сусла, пива, пивного напитка или пива специального (мутный образец)

Мутный образец перед проведением измерений осветляют центрифугированием в течение (3—5) мин при частоте вращения центрифуги 2500 об/мин.

7.5.3 Подготовленную пробу доводят до температуры 20 °С.

7.6 Подготовка контрольной и основной проб к выполнению определений

7.6.1 Подготовка контрольной пробы

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 образца, подготовленного по 7.5, 8 см^3 раствора КМЦ, приготовленного по 7.2, перемешивают, добавляют 0,5 см^3 раствора аммиака, подготовленного по 7.4, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. Колбу выдерживают при температуре (20±5)°С в течение 10 мин.

7.6.2 Подготовка основной пробы

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 образца, подготовленного по 7.5, 8 см^3 раствора КМЦ, приготовленного по 7.2, перемешивают, добавляют 0,5 см^3 раствора лимонно-аммиачного железа (III), приготовленного по 7.3, перемешивают, добавляют 0,5 см^3 раствора аммиака, подготовленного по 7.4, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. Колбу выдерживают при температуре (20±5) °С в течение 10 мин.

8 Проведение определений

Проведение определения проводят посредством измерения оптической плотности основной пробы (см. 7.6.2) по отношению к раствору сравнения (контрольная проба по п. 7.6.1) на фотоэлектроколориметре при длине волны (590±10) нм в кюветах с шириной поглощающего свет слоя 10 мм.

Измерение относительной плотности проводят в прозрачных растворах.

9 Обработка результатов определений

9.1 Массовую концентрацию полифенолов X, (мг/дм^3) в пивоваренной продукции вычисляют по формуле

$$X = D \cdot K, \quad (1)$$

где D — оптическая плотность основной пробы образца, полученная по отношению к контрольной пробе образца, выраженной в единицах оптической плотности (е.о.п.);

K — коэффициент пересчета значений оптической плотности на массовую концентрацию полифенолов, мг/дм^3·е.о.п. (K= 820 мг/(дм^3·е.о.п.)).

9.2 За результат определений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполнено условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot | X_1 - X_2 | \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации полифенолов, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости, % (таблица 1).

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Наименование объекта	Диапазон измерений массовой концентрации полифенолов, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, % P=0,95, n=2
Пивные напитки	От 30 до 240 включ.	7	1,5	3	4

Окончание таблицы 1

Наименование объекта	Диапазон измерений массовой концентрации полифенолов, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, % P=0,95, n=2
Сусло Пиво и пиво специальное	От 80 до 240 включ.	9	2	4	5,5

9.3 Если условие приемлемости (2) не выполнено, получают еще два результата в полном соответствии с данным методом определений. За результат определений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполнено условие

$$\frac{4\cdot|X_{max}-X_{min}|\cdot 100}{(X_1+X_2+X_3+X_4)} \le CR_{0,95}, \quad (3)$$

где X_{max}, X_{min} — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации полифенолов, мг/дм^3;

$CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n — результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n)\cdot\sigma_r.$$

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6\cdot\sigma_r, \quad (4)$$

где σ_r — показатель повторяемости, % (таблица 1).

Если условие (3) не выполнено, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение определений в соответствии с требованиями методики определений.

9.4 Результат определения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{X} \pm 0,01\cdot\delta\cdot\bar{X} \text{ при } P = 0,95,$$

где $\bar{X}$ — среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 9.2, 9.3, мг/дм^3;

±δ — границы относительной погрешности измерений, %.

Результат определений округляют до первого десятичного знака после запятой.

9.5 В случае, если массовая концентрация полифенолов более 240 мг/дм^3, разбавляют исходный образец и коэффициент разбавления учитывают при расчете в формуле (1), умножая на него полученный результат.

В случае, если массовая концентрация полифенолов менее нижней (более верхней) границы диапазона определений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация полифенолов менее _____ мг/дм^3 (более_____мг/дм^3)».

10 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

Приемлемость результатов определений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2\cdot|X_{ср1}-X_{ср2}|\cdot 100}{(X_{ср1}+X_{ср2})}\le CD_{0,95}, \quad (5)$$

где $X_{ср1}$, $X_{ср2}$ — среднеарифметические значения массовой концентрации полифенолов, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности, %, вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95}=\sqrt{R^2-r^2\left(1-\frac{1}{2n_1}-\frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (6)$$

где R — предел воспроизводимости ($R = 2{,}8\cdot\sigma_R$), (см. таблицу 1), %;

r — предел повторяемости (см. таблицу 1), %.

Если критическое значение разности не превышено, то приемлемы оба результата определений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическое значение разности превышено или при возникновении разногласий руководствуются нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

11 Контроль качества результатов определений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов определений в лаборатории при реализации метода осуществляют по нормативным документам, действующим на территории государств, принявшего стандарт, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых определений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

12 Требования безопасности

12.1 К работе на фотоэлектроколориметре допускаются лица, владеющие техникой фотоэлектроколориметрического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемого оборудования.

12.2 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

12.3 При проведении определений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

12.4 Помещение, в котором проводят определения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

12.5 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

12.6 Помещение, в котором проводят определения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.7 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

Приложение А
(обязательное)

Идентификационные диапазоны

При интерпретации результатов измерений, полученных по данному методу, руководствуются идентификационными диапазонами в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1

Наименование продукции	Идентификационные диапазоны
Пивное сусло Пиво Пиво специальное	от 80 до 350 мг/дм^3 включ.
Пивные напитки	от 30 до 350 мг/дм^3 включ.

УДК 663.4:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: пивоваренная продукция, пиво, пиво специальное, пивные напитки, пивное сусло, массовая концентрация полифенолов, фотоэлектроколориметрический метод

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Г.Р. Арифулина*

Сдано в набор 26.11.2021. Подписано в печать 13.12.2021. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
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