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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34800— 2021

ПРОДУКЦИЯ ПИВОВАРЕННАЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Определение массовой концентрации компонентов экзогенного глицерина методом газожидкостной хромато-масс-спектрометрии

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 25 ноября 2021 г. № 1593-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34800—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 определения 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Подготовка к проведению определения 3
8 Обработка результатов определения 6
9 Проверка приемлемости результатов определения, полученных в условиях воспроизводимости 7
10 Контроль точности результатов определения при реализации метода в лаборатории 7
11 Требования безопасности 8
Приложение А (справочное) Типовые хроматограммы градуировочных растворов и образца пивного напитка 9

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

Определение массовой концентрации компонентов экзогенного глицерина методом газожидкостной хромато-масс-спектрометрии

Brewery products. Identification. Determination of the exogenous glycerol components by chromatography-mass spectrometry method

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пивоваренную продукцию — пиво, пиво специальное, пивные напитки и сырье для их производства, включая пивное сусло, и устанавливает процедуру определения массовой концентрации компонентов экзогенного глицерина — 3-метоксипропан-1,2-диола (3-MPD) и циклических диглицеридов (CycDs) методом газожидкостной хромато-масс-спектрометрии в целях идентификации.

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 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 12786 Пиво. Правила приемки и методы отбора проб

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

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

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

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. 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 ю 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 основан на разделении смеси компонентов экзогенного глицерина и последующем детектировании масс-селективным детектором.

Диапазон определений массовой концентрации:

- для 3-метоксипропан-1,2-диола (3-MPD) от 1 до 50 мг/дм^3 включительно;
- для циклических диглицеридов (CycDs) от 1 до 50 мг/дм^3 включительно.

Предел определений массовой концентрации 3-метоксипропан-1,2-диола (3-MPD) и циклических диглицеридов (CycDs) составляет 1 мг/дм^3.

4 Условия проведения определения

При проведении определения массовой концентрации компонентов экзогенного глицерина соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа ..... 84,0—106,0;
- относительная влажность воздуха, % ..... 30—80;
- напряжение переменного тока, В ..... $\left(220^{+22}_{-33}\right)$;
- частота переменного тока, Гц ..... (50 ± 1).

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

Газовый хроматограф с масс-селективным детектором (диапазон масс 1-1050 единиц разрешения по массе, полное сканирование, SIM, одновременное полное сканирование/SIM).

Колонка газохроматографическая капиллярная с нанесенной жидкой фазой — полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталевой кислотой, длиной 50 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной нанесения жидкой фазы 0,5 мкм.

Допускается применение других капиллярных колонок с техническими характеристиками, обеспечивающими разделение в соответствии с настоящим стандартом.

Компьютер, имеющий программное обеспечение.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой 210 г, ценой деления 0,0001 г, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 100 °С до 200 °С, ценой деления 0,1 °С.

Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной меткой 2-2-10, 2-2-20, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Пипетки, градуированные 1-2-1-25, 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Склянки для хранения градуировочных растворов любого типа с пробкой, обеспечивающей герметичность.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 мм^3 (мкл).

Микродозатор с переменным объемом от 20 до 200 мм^3 (мкл), с относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема ±0,8 %.

Микродозатор с переменным объемом от 100 до 1000 мм^3 (мкл), с относительной погрешностью в диапазоне дозируемого объема ±2,5 %.

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

Аквадистиллятор.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по степени очистки не ниже «Экстра» по ГОСТ 5962.

3-метоксипропан-1,2-диол (3-MPD), с содержанием основного вещества не менее 98,0 %, номер в базе данных CAS — CAS 623-39-2.

Смесь циклических диглицеридов (CycDs), с содержанием основного вещества не менее 89,3 %.

Примечание — Смесь циклических диглицеридов (CycDs) содержит 6 компонентов: cis-2,6-bis (hydroxymethyl) 1,4-dioxane; trans-2,6-bis (hydroxymethyl) 1,4-dioxane; cis-2,5-bis (hydroxymethyl) 1,4-dioxane; trans-2,5-bis (hydroxymethyl) 1,4-dioxane; cis-2,-hydroxymethyl-6-hydroxy-1,4-dioxepane; trans-2,- hydroxymethyl-6-hydroxy-1,4-oxepane.

Гелий газообразный высокой чистоты с объемной долей гелия не менее 99,9999 %.

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

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 12786.

7 Подготовка к проведению определения

7.1 Вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

7.2 Кондиционирование капиллярной колонки

7.2.1 Новую капиллярную колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью от 0,048 до 0,072 дм^3/ч при температуре 180 °С в течение 4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность базовой линии при рабочей температуре термостата колонок в соответствии с режимными параметрами по 7.4.

7.2.2 Перед началом определения проводят кондиционирование колонки до стабильной базовой линии (дрейф базовой линии в течение часа не более 5 %).

7.2.3 Подготовку масс-селективного детектора к работе проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

7.3 Приготовление градуировочных растворов

7.3.1 Прибор градуируют по градуировочным растворам методом абсолютной градуировки.

В качестве дозаторов используют мерные колбы по ГОСТ 1770 соответствующей вместимости или комбинацию колб для необходимой вместимости (например, 150 см^3 = 100 см^3 и 50 см^3;

400 $см^3$ = 200 $см^3$ и 200 $см^3$ и т.д.), или пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169 (любого исполнения, вместимостью 20 $см^3$, 50 $см^3$).

7.3.2 Приготовление градуировочного раствора 3-MPD с массовой концентрацией 50 мг/$дм^3$ (раствор 1)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 $см^3$ вносят навеску 3-метоксипропан-1,2-диола массой 50,0 мг, наливают 150 $см^3$ 96 %-ного этилового спирта. Содержимое колбы перемешивают, доводят объем до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.3 Приготовление градуировочного раствора 3-MPD с массовой концентрацией 25 мг/$дм^3$ (раствор 2)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ раствора 1. Объем колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.4 Приготовление градуировочного раствора 3-MPD с массовой концентрацией 10 мг/$дм^3$ (раствор 3)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 40 $см^3$ раствора 2. Объем колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.5 Приготовление градуировочного раствора 3-MPD с массовой концентрацией 5 мг/$дм^3$ (раствор 4)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ раствора 3. Объем колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.6 Приготовление градуировочного раствора 3-MPD с массовой концентрацией 1 мг/$дм^3$ (раствор 5)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 20 $см^3$ раствора 4. Объем колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.7 Приготовление градуировочного раствора CycDs с массовой концентрацией 50 мг/$дм^3$ (раствор 6)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 $см^3$ вносят навеску CycDs массой 50,0 мг, наливают 150 $см^3$ 96 %-ного этилового спирта. Содержимое колбы перемешивают, доводят объем до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.8 Приготовление градуировочного раствора CycDs с массовой концентрацией 25 мг/$дм^3$ (раствор 7)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ раствора 6. Объем колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.9 Приготовление градуировочного раствора CycDs с массовой концентрацией 10 мг/$дм^3$ (раствор 8)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 40 $см^3$ раствора 7. Объем колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.10 Приготовление градуировочного раствора CycDs с массовой концентрацией 5 мг/$дм^3$ (раствор 9)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ раствора 8. Содержимое колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.11 Приготовление градуировочного раствора CycDs с массовой концентрацией 1 мг/$дм^3$ (раствор 10)

В мерную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$ вносят 20 $см^3$ раствора 9. Содержимое колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают и выдерживают при 20 °С в течение 25 мин.

7.3.12 Градуировочные растворы готовят при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С в вытяжном шкафу.

7.3.13 Градуировочные растворы хранят в холодильнике в герметично закрытой посуде не более 6 мес.

7.4 Режимные параметры хроматографа

7.4.1 Определение выполняют при следующих режимных параметрах хроматографа с капиллярной колонкой HP-FFAP:

- температура испарителя (инжектора), °С 250
- температура интерфейса (хроматограф-масс-спектрометр), °С 250
- начальная температура термостата, °С 90
- скорость нагрева до температуры 165 °С, °С/мин 7
- выдержка, мин 5
- скорость нагрева до температуры 250 °С, °С/мин 7
- выдержка, мин 5
- скорость потока газа-носителя (гелий He), $см^3$/мин 1,3
- объем вводимой пробы, $мм^3$ (мкл) 2

Допускается проведение определения в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры, обеспечивающих требуемое разделение компонентов в соответствии с 7.5.

7.4.2 Режимные параметры масс-спектрометрического детектора:

режим детектирования ..... TIC
температура источника ионов, °С 200
диапазон масс m/z, а.е.м. ..... 29—400
масса m/z, а.е.м. (для 3-MPD) 75
масса m/z, а.е.м. (для CycDs) 57

7.5 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа выполняют, используя градуировочные растворы 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10.

Регистрируют хроматограммы каждого градуировочного раствора. Регистрируют время удерживания и площади пиков определяемых веществ. Определение каждого градуировочного раствора выполняют не менее двух раз.

По полученным данным строят зависимость площади пика от массовой концентрации ($мг/дм^3$). Полученные экспериментальные данные обрабатывают методом наименьших квадратов при помощи программного обеспечения. Типовые хроматограммы градуировочных растворов 3-MPD и CycDs приведены на рисунках А.1 и А.2 (приложение А).

Градуировку хроматографа выполняют перед каждой серией определения. Перед началом измерений выполняют оперативный контроль стабильности градуировочного графика. Для этого анализируют любой рабочий градуировочный раствор, хроматографируя его два раза. Значение градуировочного коэффициента заносят в память компьютера.

Градуировочная зависимость считается приемлемой, если рассчитанное программным обеспечением значение коэффициента корреляции для градуировочной зависимости:

$R^2 \geq 0{,}9995$ (для 3-MPD);

$R^2 \geq 0{,}9998$ (для CycDs).

Новую градуировку проводят:

- при замене хроматографической колонки;
- при замене градуировочного раствора;
- при замене микрошприца.

7.6 Подготовка образца

Пробу дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 30 мин. При необходимости фильтруют, разбавляют и вводят в инжектор хроматографа.

7.7 Проведение определения

Подготовленный образец инжектируют в хроматограф в количестве 2 $мм^3$ и проводят хроматографирование при режимных параметрах, приведенных в 7.4.1, 7.4.2. Полученные хроматограммы обрабатывают при помощи программного обеспечения, рассчитывают массовую концентрацию компонен-

тов экзогенного глицерина, используя градуировочные коэффициенты, получают результат (в мг/дм^3). Типовые хроматограммы образцов пивного напитка, содержащих 3-MPD и CycDs, приведены на рисунках А.3 и А.4 (приложение А).

Выполняют два параллельных определения.

Допускается проведение определения в других условиях хроматографирования, в том числе с программированием температуры и потока газа-носителя, обеспечивающих требуемое разделение компонентов в соответствии с настоящим стандартом.

8 Обработка результатов определения

8.1 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Наименование компонента экзогенного глицерина	Диапазон определения массовой концентрации мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %, $P = 0,95$, $n = 2$
3-MPD	От 1,0 до 50,0 включ.	7	1	3	3
CycDs	От 1,0 до 10,0 включ.	11	2	4	5,5
	Св. 10,0 до 50 включ.	9	1	2	3

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

$$\frac{2 \cdot \left| C_{i1} - C_{i2} \right| \cdot 100}{\left(C_{i1} + C_{i2} \right)} \le r_i, \qquad (1)$$

где C_{i1} и C_{i2} — результаты параллельных определений массовой концентрации i-го компонента экзогенного глицерина, мг/дм^3;

r_i — значение предела повторяемости i-го компонента экзогенного глицерина, % (см. таблицу 1).

8.3 Если условие (1) не выполнено, получают еще два результата определения в полном соответствии с данной методикой определения. За результат определения принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполнено условие

$$\frac{4 \cdot \left| C_{i\max} - C_{i\min} \right| \cdot 100}{\left(C_{i1} + C_{i2} + C_{i3} + C_{i4} \right)} \le CR_{i0,95}, \qquad (2)$$

где $C_{i\,\max}$ и $C_{i\,\min}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации i-го компонента экзогенного глицерина, мг/дм^3;

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

$$CR_{i0,95} = f(n) \cdot \sigma_{ri}.$$

Для $n = 4$

$$CR_{i0,95} = 3,6 \cdot \sigma_{ri}, \qquad (3)$$

где σ_{ri} — показатель повторяемости i-го компонента экзогенного глицерина, % (см. таблицу 1).

Если условие (2) не выполнено, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение определения в соответствии с требованиями методики определения.

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

$$\overline{C}_i \pm 0{,}01 \cdot \delta_i \cdot \overline{C}_i \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $\overline{C}_i$ — среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.1, 11.2, мг/дм^3;

$\pm\delta_i$ — границы относительной погрешности определения i-го компонента экзогенного глицерина, %.

Если C_i оказывается меньше предела определения, то дают одностороннюю оценку массовой концентрации i-го компонента в мг/дм^3, в виде:

$C_i < 1$ мг/дм^3,

где 1 — предел определения для всех определяемых компонентов.

9 Проверка приемлемости результатов определения, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определения в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

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

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

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

где $C_{ср1}$ и $C_{ср2}$ — средние арифметические значения массовой концентрации компонента экзогенного глицерина в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для компонента экзогенного глицерина, %, 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 критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата определения, проведенного двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическое значение разности превышено или возникают разногласия, то руководствуются нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

10 Контроль точности результатов определения при реализации метода в лаборатории

Контроль качества результатов определения в лаборатории осуществляют по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт, используя контроль стабильности среднего квадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности.

Проверку стабильности результатов определений 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.

11 Требования безопасности

11.1 К работе на газовом хроматографе допускаются лица, владеющие техникой газохроматографического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

11.2 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

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

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

11.5 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

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

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

Приложение А
(справочное)

Типовые хроматограммы градуировочных растворов и образца пивного напитка

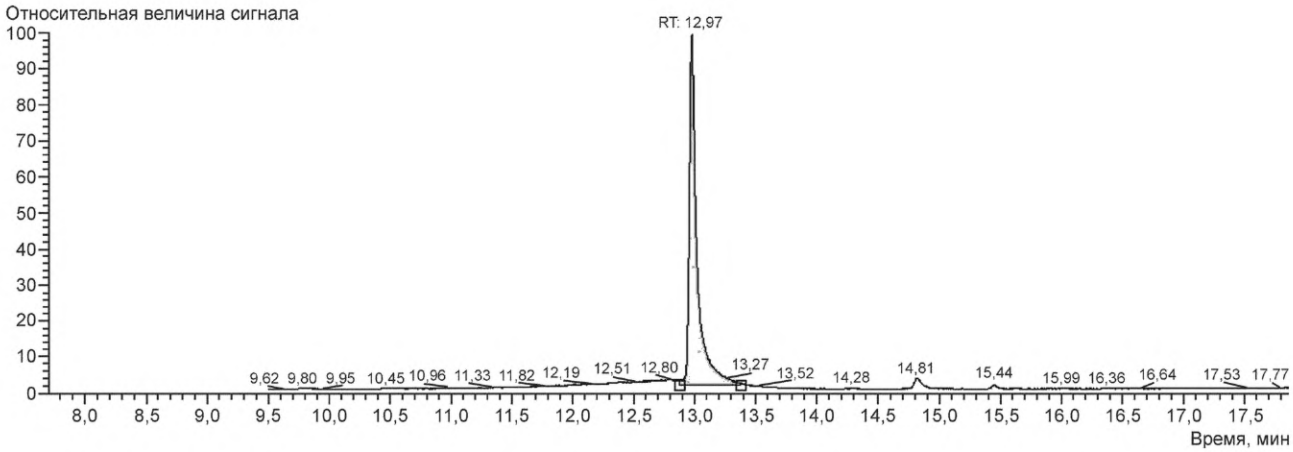


Рисунок А.1 — Типовая хроматограмма градуировочного раствора 3-MPD с массовой концентрацией 25 мг/дм^3

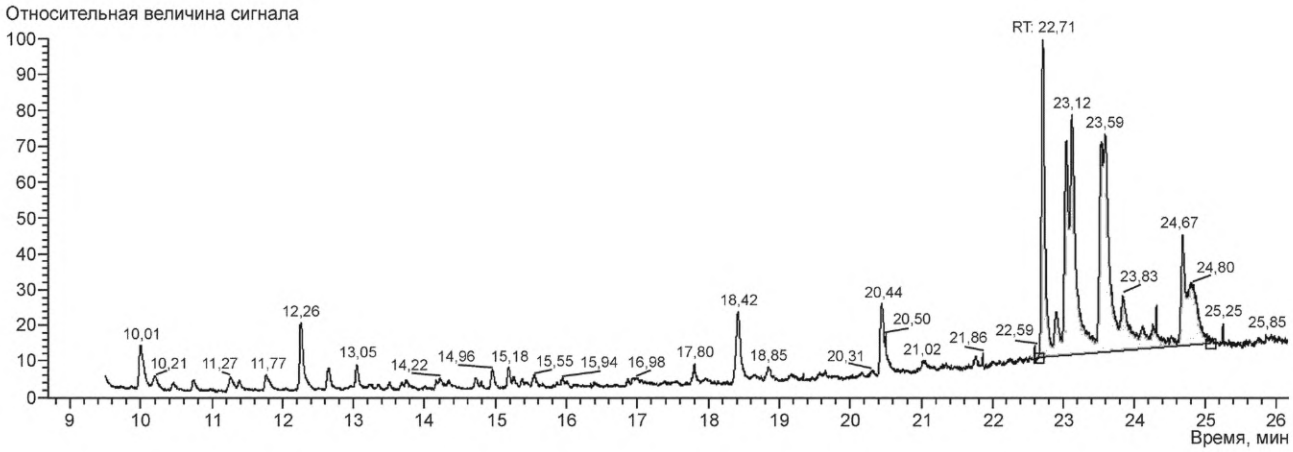


Рисунок А.2 — Типовая хроматограмма градуировочного раствора CycDs с массовой концентрацией 25 мг/дм^3

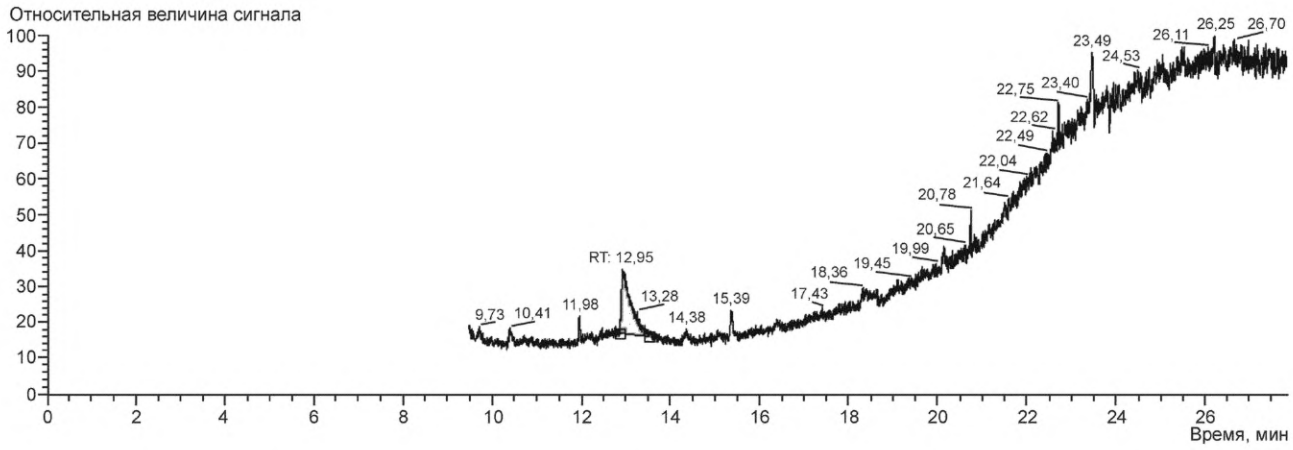


Рисунок А.3 — Типовая хроматограмма образца пивного напитка, содержащего 3-MPD

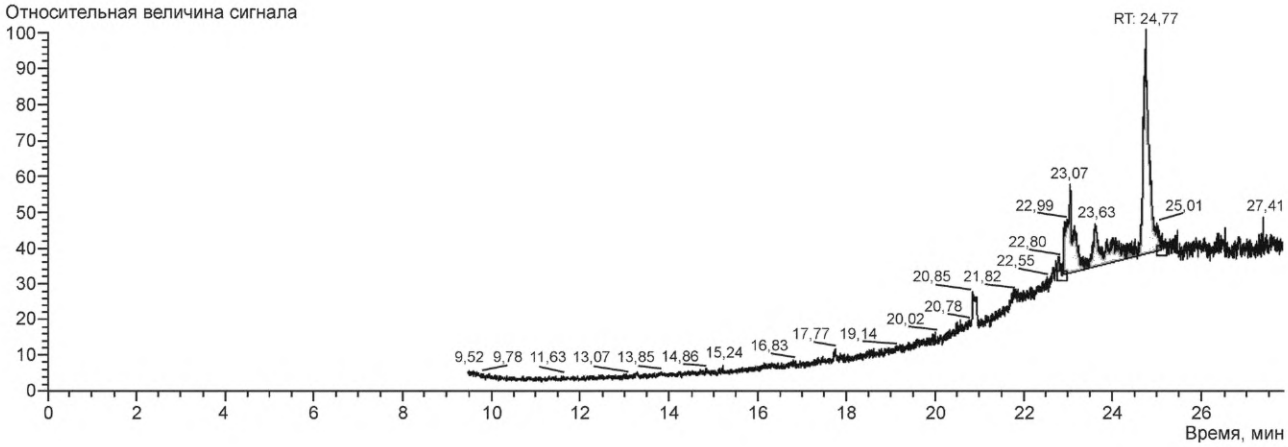


Рисунок А.4 — Типовая хроматограмма образца пивного напитка, содержащего CycDs

УДК 663.4:006.354 МКС 67.160.10

Ключевые слова: продукция пивоваренная, пиво, пивной напиток, метод газожидкостной хромато-масс-спектрометрии, массовая концентрация, компоненты экзогенного глицерина, 3-метоксипропан-1,2-диол (3-MPD), циклические диглицериды (CycDs)

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 29.11.2021. Подписано в печать 20.12.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

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