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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34799—
2021

**ПРОДУКЦИЯ ПИВОВАРЕННАЯ.
ИДЕНТИФИКАЦИЯ**

**Фотоэлектроколориметрический метод определения
массовой концентрации β -глюкана**

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

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. № 1557-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34799—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
8 Проведение определений	5
9 Обработка результатов определений	6
10 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости. . .	7
11 Контроль качества результатов определений при реализации методики в лаборатории	8
12 Требования безопасности	8
Приложение А (обязательное) Идентификационные диапазоны	9

ПРОДУКЦИЯ ПИВОВАРЕННАЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ**Фотоэлектроколориметрический метод определения массовой концентрации β -глюкана**Brewing products. Identification. Photoelectrocalorimetric method of determination mass concentration of β -glucan

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 β -глюкана.

Идентификационные диапазоны массовой концентрации β -глюкана 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 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6038 Реактивы. D-глюкоза. Технические условия

ГОСТ 6709¹⁾ Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 12786 Пиво. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
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 (www.easc.by) или по 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 способности глюкозы, образовавшейся после кислотного гидролиза β -глюкана, выделенного из анализируемой пробы 96 %-ным этиловым спиртом, образовывать окрашенное соединение при взаимодействии с раствором 3,5-динитросалициловой кислоты с последующим измерением оптической плотности окрашенного раствора. Массовую концентрацию глюкозы определяют по градуировочному графику и количественно пересчитывают на массовую концентрацию β -глюкана

4 Условия проведения определений

При выполнении определений массовой концентрации β -глюкана соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °C;
- атмосферное давление (84,0 — 106,3) кПа;
- относительная влажность воздуха (30—80) %;
- напряжение переменного тока ($220 \pm \frac{22}{33}$) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

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

Фотоэлектроколориметр со светофильтром λ (540 ± 10) нм и кюветами с номинальной толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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

Встряхиватель (шейкер) вибрационный для пробирок орбитального типа движения с амплитудой встряхивания 3 мм, диапазоном скоростей от 150 до 2000 об/мин.

Аппарат универсальный для встряхивания жидкости в колбах и пробирках типа АБУ или других типов, обеспечивающих возможность встряхивания жидкостей в бутылках.

Пробирки полипропиленовые.

¹⁾ Утратил силу на территории Российской Федерации. С 01.09.2019 действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

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

Термометр ртутный с интервалом измерения температуры от 0 до 100 °С, ценой деления 1 °С, погрешностью измерения ± 1 °С по ГОСТ 28498.

Секундомер любого типа или таймер механический.

Пробирки П-2-10(25)-0,1(0,2) по ГОСТ 1770.

Холодильник ХШ-1-200-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-100 (600) ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В по ГОСТ 25336.

Пробирки ПЗ-50 ХС по ГОСТ 25336.

Лабораторная центрифуга с частотой вращения не менее 4000 мин⁻¹.

Термостат суховоздушный.

Баня водяная.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или других марок.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глюкоза, «х.ч.» по ГОСТ 6038.

3,5-динитросалициловая кислота (3,5-ДНСК) с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %.

Натрия гидроксид, «ч.д.а.» по ГОСТ 4328.

Калий натрий виннокислый 4-водный, «х.ч.» по ГОСТ 5845.

Соляная кислота, «х.ч.» ($\rho = 1,19$ г/см³) по ГОСТ 3118.

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

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага лакмусовая.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных, 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 3,5- ДНСК с массовой долей 10 г/дм³

(10,0 $\pm$ 0,1) г 3,5-ДНСК взвешивают в стеклянном стакане вместимостью 100 см³, добавляют 50 см³ дистиллированной воды температурой (40—50) °С, перемешивают и растворяют. Затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, куда дополнительно вносят 450 см³ дистиллированной воды температурой (40—50) °С, добавляют (16,0 $\pm$ 0,1) г гидроксида натрия до растворения, затем вносят (300,0 $\pm$ 0,1) г калий натрий виннокислый и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор 3,5-ДНСК хранят в темной герметично закрытой стеклянной посуде в темном месте не более 2 мес при температуре (20 $\pm$ 5) °С.

7.3 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 0,9 г/100 см³ для подготовки проб продукции

Отмеривают цилиндром (20,0 $\pm$ 1,0) см³ соляной кислоты с относительной плотностью 1,19 г/см³ и при постоянном перемешивании стеклянной палочкой вносят в термостойкий стеклянный стакан с предварительно добавленными в него 500 см³ дистиллированной воды. Массовую концентрацию соляной кислоты в полученном растворе определяют титрованием раствором гидроксида натрия молярной концентрации (NaOH)=0,1 моль/дм³. В коническую колбу вместимостью 50,0 см³ пипеткой вместимостью 5,0 см³ вносят 5,0 см³ раствора соляной кислоты, приливают 10,0 см³ дистиллированной воды, перемешивают и титруют в присутствии двух капель метилоранжа. На титрование должно быть израс-

ходовано $(12,37 \pm 0,6)$ см³ раствора гидроокиси натрия. Отклонение массовой концентрации соляной кислоты в растворе не должно превышать 0,045 г/100 см³.

Раствор хранят не более 3 мес при температуре (20 ± 5) °С.

7.4 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой концентрацией 330 г/дм³

Навеску гидроксида натрия массой $(330,0 \pm 0,1)$ г растворяют при постоянном перемешивании стеклянной палочкой в термостойком стеклянном стакане в 600 см³ дистиллированной воды. После охлаждения до температуры (20 ± 5) °С раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Раствор хранят не более 12 мес при температуре (20 ± 5) °С в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

7.5 Установление градуировочной характеристики

7.5.1 Приготовление исходного раствора глюкозы с массовой концентрацией 1 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят $(1,0 \pm 0,01)$ г глюкозы, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

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

7.5.2 Приготовление растворов для градуировки

Из исходного раствора глюкозы с массовой концентрацией 1 г/дм³ готовят растворы для градуировки с массовой концентрацией глюкозы 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5, 1,0 мг/см³. Для этого в мерные пробирки вместимостью 10 см³ вносят по 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 , 5 и 10 см³ исходного раствора глюкозы и доводят дистиллированной водой объем до метки.

Готовят по два параллельных раствора для градуировки каждой концентрации.

Из каждой пробирки с раствором глюкозы для градуировки отбирают 2 см³ и вносят в другую пробирку вместимостью 10 см³, куда приливают 2 см³ раствора 3,5-ДНСК (см. 7.2). Затем содержимое каждой пробирки перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 5 мин, далее охлаждают и выполняют измерение при длине волны (540 ± 10) нм (зеленый светофильтр) по отношению к раствору сравнения.

Раствором сравнения служит подготовленный вышеуказанным способом раствор, в котором раствор глюкозы заменен на дистиллированную воду.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от массовой концентрации глюкозы, устанавливают по растворам для градуировки. По оси абсцисс откладывают значения массовой концентрации растворов глюкозы для градуировки (мг/см³), а по оси ординат — соответствующее значение оптической плотности, в единицах оптической плотности (е. о. п.)

Результаты измерений оптической плотности каждого раствора для градуировки признают приемлемыми, если расхождение между ними не превышает предел повторяемости r (таблица 1).

Градуировку фотозлектроколориметра устанавливают 1 раз в 2 мес.

Растворы хранят не более суток при температуре (20 ± 5) °С.

7.5.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в месяц, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные растворы для градуировки с массовой концентрацией глюкозы (в начале, середине и в конце диапазона измерений) и анализируют в соответствии с 7.5.2.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого раствора для градуировки сохраняется соотношение

$$\frac{|D_{\text{изм}} - D_{\text{гр}}|}{D_{\text{гр}}} \cdot 100 \leq K_{\text{гр}}, \quad (1)$$

где $D_{\text{изм}}$, $D_{\text{гр}}$ — значение оптической плотности раствора для градуировки, измеренное и найденное по градуировочному графику, соответственно, е.о.п.;

$K_{\text{гр}}$ — норматив контроля, $K_{\text{гр}} = 0,5 \cdot \delta$,

где $\pm \delta$ — границы относительной погрешности, % (таблица 1).

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Наименование объекта	Диапазон измерений массовой концентрации β -глюкана, 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 , %, $P = 0,95$, $n = 2$
Пиво Пиво специальное Пивные напитки	От 45 до 240 включ.	9	2	4	5,5
Пивное сусло	От 150 до 240 включ.	7	1,5	3	4

Если условие стабильности не выполняется только для одного раствора для градуировки, то выполняют повторное измерение этого раствора.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других растворов для градуировки, предусмотренных методикой (см. 7.5.2). При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново в соответствии с настоящим подпунктом.

7.6 Подготовка пробы

7.6.1 Подготовка пробы пивного сусла

Для определения содержания β -глюкана в пивном сусле на анализ берут прозрачное пивное сусло. Если пивное сусло мутное, его дополнительно осветляют центрифугированием или фильтрованием.

7.6.2 Подготовка пробы пива, пива специального, пивного напитка (образцов) (декарбонизация проб)

Для определения содержания β -глюкана на анализ берут образцы, предварительно освобожденные от CO_2 перемешиванием.

7.6.3 Последующая подготовка отобранных образцов (получение гидролизата)

В центрифужные пробирки вместимостью 50 см³ отбирают пипеткой по 10 см³ прозрачных проб, подготовленных по 7.6.1 и 7.6.2, добавляют цилиндром 20 см³ 96 %-ного этилового спирта, перемешивают в течение 15 мин, центрифугируют (10 мин при частоте оборотов 2500 мин⁻¹), жидкость сливают, а к осадку приливают 10 см³ 96 %-ного этилового спирта, повторно центрифугируют и жидкость сливают. К образовавшемуся осадку приливают 10 см³ раствора соляной кислоты, приготовленной по п.7.3, и кипятят с обратным холодильником на водяной бане в течение 3 ч для гидролиза β -глюкана до моносахаров (глюкозы).

После окончания кипячения раствор сахаров охлаждают, кислоту нейтрализуют раствором гидроксида натрия массовой концентрацией 330 г/дм³ (см. 7.4), осторожно вливая его по каплям, контролируя изменение цвета по лакмусовой бумаге, и объем смеси доводят до 25 см³.

7.6.4 Подготовка анализируемой и контрольной проб

В образцах, полученных по п.7.6.3, определяют концентрацию глюкозы с помощью реактива 3,5-ДНСК. Концентрация глюкозы эквивалента концентрации β -глюкана.

В мерную пробирку вместимостью 20 см³ отбирают 2 см³ гидролизата, полученного по п. 7.6.3, и 2 см³ раствора 3,5-ДНСК с массовой долей 10 г/дм³ (п.7.2), кипятят на водяной бане 5 мин, охлаждают, объем раствора доводят до 20 см³, получая таким образом пробу для анализа. Выполняют две параллельные пробы.

Контрольную пробу получают таким же образом, что и пробу для анализа, но вместо раствора гидролизата в пробирку прибавляют 2 см³ дистиллированной воды.

8 Проведение определений

Подготовленные пробы для анализа и контрольную пробу помещают в кюветы толщиной 10 мм и далее проводят измерения оптической плотности при длине волны (540±10) нм по отношению к контрольной пробе.

Находят массовую концентрацию глюкозы в пробе по градуировочному графику, аналогичному приведенному на рисунке 1, и получают результаты определений (в мг/см³).

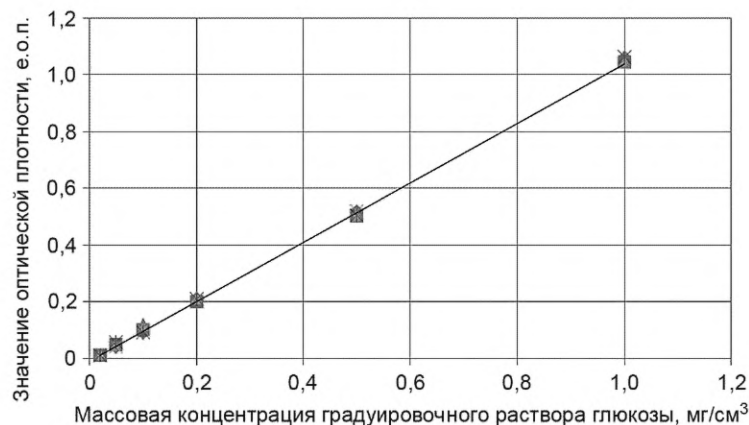


Рисунок 1 — Типовой градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности раствора глюкозы (D_{540}) при длине волны $\lambda = (540 \pm 10)$ нм от массовой концентрации глюкозы, C , мг/см³

Растворы по 7.5.2. имеют концентрацию 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5, 1,0 мг/см³.

9 Обработка результатов определений

9.1 Массовую концентрацию β -глюкана X , мг/дм³, в образце вычисляют по формуле

$$X = \frac{a(V_{\text{см.г}} \cdot K_1 \cdot 1000)}{V_{\text{г}} \cdot V_{\text{обр}} \cdot K_2}, \quad (2)$$

где a — содержание глюкозы в 2 см³ раствора гидролизата, см³, полученное по градуировочному графику, мг/см³;

$V_{\text{см.г}}$ — объем раствора гидролизата, см³ ($V_{\text{см.г}} = 25$ см³);

K_1 — коэффициент пересчета глюкозы на полисахарид ($K_1 = 0,9$);

1000 — коэффициент пересчета результата, дм³;

$V_{\text{г}}$ — объем гидролизата, отобранный для определения, см³ ($V_{\text{г}} = 2$ см³);

$V_{\text{обр}}$ — объем образца, взятого для осаждения β -глюкана, см³ ($V_{\text{обр}} = 10$ см³);

K_2 — коэффициент, учитывающий влияние белковых веществ, завышающих результат ($K_2 = 2,9$).

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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации β -глюкана, мг/дм³;

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

9.3 Если условие приемлемости (3) 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

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

где $X_{\max}$, $X_{\min}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации β -глюкана, мг/дм³;

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

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

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r \quad (5)$$

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

Если условие (4) 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, округляют до первого десятичного знака после запятой и 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/дм³;

$\pm \delta$ — границы относительной погрешности определений, %.

9.5 В случае, если массовая концентрация β -глюкана в пиве, пиве специальном или пивном напитке более 240 мг/дм³, образец разбавляют и коэффициент разбавления учитывают в формуле (2), умножая на него полученный результат.

В случае если массовая концентрация β -глюкана более верхней (менее нижней) границы диапазона измерений, то проводят ее одностороннюю оценку с указанием верхней границы диапазона измерений в виде «более 240 мг/дм³» или с указанием предела измерений в виде «менее LQ мг/дм³», где LQ — величина, зависящая от продукта, и составляющая для пива и пивных напитков 45 мг/дм³, для пивного сусла 150 мг/дм³.

10 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов определений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- 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

$$\frac{2 \cdot |X_{\text{cp1}} - X_{\text{cp2}}| \cdot 100}{(X_{\text{cp1}} + X_{\text{cp2}})} \leq CD_{0,95}, \quad (6)$$

где X_{cp1} , X_{cp2} — средние арифметические значения массовой концентрации β -глюкана, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм³;

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

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (7)$$

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 методики осуществляют по нормативным документам, действующим на территории государства, 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 определений 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	не менее 150 мг/дм ³
Пиво, пиво специальное	от 45 до 450 мг/дм ³ включ.
Пивные напитки	не менее 50 мг/дм ³

УДК 663.4:006.354

МКС 67.160.10

Ключевые слова: пивоваренная продукция, пиво, пиво специальное, пивные напитки, пивное сусло, массовая концентрация β -глюкана, фотоэлектрокалориметрический метод

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

Сдано в набор 26.11.2021. Подписано в печать 21.12.2021. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

