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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31643— 2012

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение аскорбиновой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (НО РСПС) при участии Государственного научного учреждения «НИИ питания» Российской академии медицинских наук (ГНУ «НИИ питания» РАМН), ЗАО «Мултон» и Государственным научным учреждением «ВНИИ консервной и овощесушильной промышленности» (ГНУ «ВНИИКОП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 июля 2012 г. № 50)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 сентября 2012 г. № 437-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31643—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

7 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53693—2009*

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»

---

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 сентября 2012 г. № 437-ст ГОСТ Р 53693—2009 отменен с 1 июля 2013 г.

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение аскорбиновой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Juice products.
Determination of ascorbic acid by High Performanct Liquid Chromatography (HPLC) method

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространятся на фруктовые и овощные соки, нектары, морсы и сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, соковую продукцию из фруктов и овощей обогащенную и для детского питания (далее — соковая продукция) и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для определения массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты.

Диапазон измерения массовой концентрации (массовой доли) аскорбиновой кислоты от 5 до 1000 мг/д^3 (млн$^{-1}$) включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 245 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

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

ГОСТ ИСО 5725-1[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

Издание официальное

ГОСТ 22967 (СТ СЭВ 2486—80, СТ СЭВ 3399—82) Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытания

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]

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

ГОСТ 26313 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 26671 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

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

3 Сущность метода определения

Метод основан на применении обращенно-фазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Массовую концентрацию или массовую долю аскорбиновой кислоты в соковой продукции определяют спектрофотометрическим детектором в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 243 нм.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

4.1 Хроматограф жидкостный высокоэффективный со спектрофотометрическим детектором (рабочий диапазон длин волн поглощения от 200 до 600 нм) и программно-аппаратным комплексом сбора и обработки результатов.

4.2 Спектрофотометр со значениями характеристик не ниже следующих:

спектральный рабочий диапазон — 200—800 нм;

пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале длин волн ±0,2 нм;

пределы допускаемой воспроизводимости измерений по шкале длин волн ±0,08 нм (λ = 656 нм);

пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по фотометриической шкале ±0,002 е.о.п.[2)] при оптической плотности 0,3 е.о.п. и ± 0,003 е.о.п. при оптической плотности 1 е.о.п.;

пределы допускаемой воспроизводимости измерений по фотометрической шкале ±0,0008 е.о.п. при оптической плотности 1 е.о.п.,

предел допускаемого СКО[3)] случайной составляющей погрешности измерений по фотометрической шкале ±0,0001 е.о.п. при оптической плотности 0 е.о.п., λ = 500 нм и ±0,0006 е.о.п. при оптической плотности 1 е.о.п., λ = 500 нм;

уровень мешающего излучения 1,0 % (λ = 200 нм) и 0,05 % (λ = 220 и 340 нм).

4.3 Колонка аналитическая длиной 250 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная октадецилсиликагелем, размер частиц 5 мкм (RP 18).

4.4 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,1 мг.

4.5 Пипетки градуированные 1-2-1,1-2-2, 1-2-5, 1-2-1 и 1-2-25 2-го класса точности по ГОСТ 29227.

---

1) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

2) е.о.п — единица оптической плотности.

3) СКО — среднеквадратическое отклонение.

4.6 Микрошприцы для ВЭЖХ, вместимостью 25, 100 и 250 мкл.

4.7 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770:

цилиндры вместимостью 50 и 1000 $см^3$,

колбы мерные с притертой пробкой, вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 $см^3$,

пробирки стеклянные, вместимостью 10 и 20 $см^3$.

4.8 Емкости для жидких проб (виалы) вместимостью 2—6 $см^3$.

4.9 Установка для дегазации элюента.

4.10 Фильтры мембранные с диаметром пор 0,20 или 0,45 мкм для фильтрования подвижной фазы и проб.

4.11 Фильтры обеззоленные.

4.12 Шприц медицинский, вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 22967.

4.13 Центрифуга лабораторная с величиной фактора разделения (g-фактор) 800—1000.

4.14 Мини-насос лабораторный (к установке для дегазации элюента).

4.15 Иономер (pH-метр) с погрешностью измерения ±0,01 ед. pH.

4.16 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

4.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.18 Вода для лабораторного анализа первой степени чистоты по [1].

4.19 Кислота аскорбиновая с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

4.20 Натрий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат) двуводный по ГОСТ 245, ч. д. а.

4.21 Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

4.22 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336:

воронки лабораторные,

стаканы, вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$.

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

5 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка проб — по ГОСТ 26671.

6 Подготовка к проведению определения

6.1 Приготовление подвижной фазы для жидкостной хроматографии

В стакане по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$ взвешивают 15,6 г дигидрофосфата натрия по ГОСТ 245 с записью результата до третьего знака после запятой, растворяют приблизительно в 80 $см^3$ дистиллированной воды по ГОСТ 6709, количественно переносят в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор переносят в стакан вместимостью 1000 $см^3$, доводят pH концентрированной ортофосфорной кислотой по ГОСТ 6552 до 2,5 регистрируя показания иономера по 4.15. Затем раствор дегазируют на установке для дегазации элюента по 4.9 в течение 15 мин, с одновременной фильтрацией через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — 3 сут.

6.2 Подготовка проб для измерений

6.2.1 Определение массовой концентрации аскорбиновой кислоты в осветленных соках и сокосодержащих напитках, не содержащих нерастворимые в воде вещества, проводят без разбавления пробы дистиллированной водой.

Определение массовой концентрации аскорбиновой кислоты в осветленных соках и сокосодержащих напитках, содержащих нерастворимые в дистиллированной воде вещества, проводят после фильтрования пробы через обеззоленный фильтр «белая лента» или ее центрифугирования по 4.13 с фактором разделения не менее 990 g в течение 15 мин.

Затем 1—2 $см^3$ пробы отбирают в медицинский шприц по 4.12 через иглу, после этого заменяют иглу на фильтр с диаметром пор 0,45 или 0,20 мкм и отфильтровывают в виалу по 4.8.

6.2.2 Определение массовой концентрации аскорбиновой кислоты в соках и сокосодержащих напитках с объемной долей мякоти до 10,0 % включительно (соки и нектары из цитрусовых, ананаса, персика, абрикоса и др.) или содержащих нерастворимые в воде вещества проводят после тщательного перемешивания пробы стеклянной палочкой, а затем ее центрифугирования по 4.13 с фактором разделения не менее 990 g в течение 15 мин.

Соки и сокосодержащие напитки с объемной долей мякоти свыше 10,0 % и более (из манго, томата, банана и др.) предварительно разбавляют дистиллированной водой в соотношении 1:5 для осветления раствора. Для этого в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 50 $см^3$ мерным цилиндром по ГОСТ 1770 отбирают 10 $см^3$ пробы и доводят дистиллированной водой до метки. После этого пробу гомогенизируют, тщательно перемешивая содержимое стеклянной палочкой, и центрифугируют с фактором разделения не менее 990 g в течение 15 мин. В случае неполного осаждения нерастворимых в дистиллированной воде частиц пробу вновь фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента» или центрифугируют с фактором разделения не менее 990 g в течение 15 мин.

Затем 1—2 $см^3$ пробы с осветленным раствором отбирают в медицинский шприц через иглу, заменяют иглу на фильтр с диаметром пор 0,45 или 0,20 мкм и отфильтровывают в виалу.

6.2.3 Определение массовой доли аскорбиновой кислоты в концентрированных соках проводят после предварительного разбавления пробы дистиллированной водой весовым методом в соотношении 1:5.

Для этого на лабораторных весах по ГОСТ 24104 в стакане вместимостью 50 $см^3$ по 4.7 взвешивают 5—7 г концентрированного сока с записью результата до третьего знака после запятой, прибавляют дистиллированную воду до получения общей массы пробы 25—35 г с записью результата до третьего знака после запятой. Делением общей массы пробы на массу концентрированного сока до разбавления водой вычисляют величину разбавления (разведения), которую учитывают при обработке результатов. В случае если концентрированный сок представляет собой пюре, при разбавлении которого образуются нерастворимые в дистиллированной воде вещества, пробу дополнительно центрифугируют в соответствии с аналогичными требованиями 6.2.2.

Затем 1—2 $см^3$ пробы с осветленным раствором отбирают в медицинский шприц через иглу, заменяют иглу на фильтр с диаметром пор 0,45 или 0,20 мкм и отфильтровывают в виалу.

6.2.4 Подготовку проб по 6.2.1, 6.2.2 проводят с целью определения массовой концентрации аскорбиновой кислоты, а по 6.2.3 — с целью определения ее массовой доли.

6.3 Приготовление стандартных градуировочных растворов аскорбиновой кислоты

Стандартные градуировочные растворы аскорбиновой кислоты готовят для построения градуировочной зависимости по четырем точкам, от меньшей массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты к большей, из основного стандартного раствора № 1 в соответствии с таблицей 1.

Стандартные градуировочные растворы аскорбиновой кислоты готовят непосредственно перед проведением измерений.

Таблица 1 — Приготовление стандартных градуировочных растворов аскорбиновой кислоты

№ п/п	№ стандартного раствора	Компонент	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Способ приготовления	Массовая концентрация, $мг/дм^3$ или массовая доля (мг/кг)
1	1 (основной)	Аскорбиновая кислота	100	Взвешивают 0,030 г аскорбиновой кислоты в мерный стакан вместимостью 50 $см^3$ с записью результата до четвертого знака после запятой, растворяют в 40 $см^3$ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают	300
2	2	Аскорбиновая кислота	50	Отбирают 1,67 $см^3$ раствора № 1, переносят в мерную колбу, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают	10

Окончание таблицы 1

№ п/п	№ стандартного раствора	Компонент	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Способ приготовления	Массовая концентрация, $мг/дм^3$ или массовая доля (мг/кг)
3	3	Аскорбиновая кислота	50	Отбирают 8,34 $см^3$ раствора № 1, переносят в мерную колбу, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают	50
4	4	Аскорбиновая кислота	50	Отбирают 16,7 $см^3$ раствора № 1, переносят в мерную колбу, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают	100

7 Проведение измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

7.1 Условия хроматографического анализа

Колонка аналитическая длиной 250 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная октадецилсиликагелем, размер частиц 5 мкм (RP 18) по 4.3.

Элюент: раствор дигидрофосфата натрия 0,1 моль/$дм^3$ по 4.20.

Температура колонки: комнатная.

Длина волны детектора 243 нм (для спектрофотометра) или диапазон 200—350 нм (для фотодиодной матрицы).

Скорость потока подачи элюента: 0,65 $см^3$/мин (ориентировочное значение).

Объем вводимой пробы: 10—20 мкл.

7.2 Условия проведения измерений

Измерения проводят при следующих лабораторных условиях:
температура окружающего воздуха . . . . . (25 ± 5) °С;
атмосферное давление . . . . . (97 ± 10) кПа;
относительная влажность . . . . . (65 ± 5) %;
частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
напряжение в сети . . . . . (220 ± 0) В.

7.3 Построение градуировочной зависимости

Проводят хроматографический анализ всех градуировочных растворов.

Регистрируют площади пиков аскорбиновой кислоты и строят градуировочный график — зависимость площади пика от массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты в градуировочном растворе.

Процедуры построения градуировочной зависимости выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством пользователя программным обеспечением.

Градуировочную зависимость выражают линейным уравнением

$$y = kx. \quad (1)$$

Правильность построения градуировочной зависимости контролируется значением достоверности аппроксимации (R^2):

$R^2 \geq 0{,}9997$.

Из уравнения (1) следует, что площадь пиков стандартных растворов аскорбиновой кислоты S (mAU · с или AU · с) и их массовая концентрация c ($мг/дм^3$) или массовая доля c ($млн^{-1}$) находятся в соответствующей функциональной зависимости

$$c = \frac{S}{k}, \quad (2)$$

где k — градуировочный коэффициент, [мг/дм^3/mAU · сек]$^{-1}$, вычисляемый по формуле

$$k = \frac{\sum (S_i \cdot c_i)}{\sum c_i^2}, \quad (3)$$

где S_i — площадь пика аскорбиновой кислоты при анализе i-го стандартного раствора,

c_i — массовая концентрация или массовая доля аскорбиновой кислоты при анализе i-го стандартного раствора, мг/дм^3 (млн$^{-1}$).

Градуировочную зависимость строят при замене оборудования, колонок, реактивов, условий хроматографического анализа или при выявлении несоответствия метрологическим требованиям результатов оперативного контроля или внутреннего аудита.

7.4 Анализ проб

Проводят хроматографический анализ проб, подготовленных по 6.2. Каждую пробу анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2. Регистрируют площадь пиков аскорбиновой кислоты. В случае если массовая концентрация или массовая доля аскорбиновой кислоты в пробе настолько максимальна, что площадь соответствующего пика выходит за верхнюю границу диапазона градуировки хроматографа, то подготавливают новую пробу с большим разбавлением и измерение повторяют.

Примеры хроматограмм и спектров поглощения для стандартного раствора и раствора L-аскорбиновой кислоты приведены в приложении А.

8 Обработка и оформление результатов определения

Массовую концентрацию или массовую долю аскорбиновой кислоты рассчитывают по градуировочным зависимостям с учетом степени разведения пробы. Вычисления массовой концентрации или массовой доли проводят до третьего десятичного знака.

Обработку хроматограмм и определение массовой концентрации (массовой доли) аскорбиновой кислоты $c(X)$, мг/дм^3 (млн$^{-1}$), проводят с помощью программно-аппаратного комплекса сбора и обработки данных, с использованием градуировочной зависимости

$$c(X) = \frac{S_x \cdot V_2}{k \cdot V_1} \text{ или } c(X) = \frac{S_x \cdot m_{общ}}{k \cdot m(x)} \quad (4)$$

или по формулам с использованием стандартного раствора массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты, наиболее близкой к ожидаемой в анализируемой пробе

$$c(X) = \frac{c_{ст} \cdot S_x \cdot V_2}{S_{ст} \cdot V_1} \text{ или } c(X) = \frac{c_{ст} \cdot S_x \cdot m_{общ}}{S_{ст} \cdot m(x)}, \quad (5)$$

где S_x — площадь пика аскорбиновой кислоты, mAU с или U с;

V_2 — вместимость мерной колбы, взятой для разбавления, см^3;

k — градуировочный коэффициент, [мг/дм^3/mAU · с]$^{-1}$;

V_1 — объем пробы, отобранный для анализа см^3;

$m_{общ}$ — масса анализируемой пробы после разбавления, г;

$m(x)$ — масса анализируемой пробы до разбавления, г;

$c_{ст}$ — массовая концентрация или массовая доля аскорбиновой кислоты в стандартном растворе, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$S_{ст}$ — площадь пика аскорбиновой кислоты в стандартном растворе, mAU с или U с.

Все результаты обработки (с помощью программно-аппаратного комплекса или расчетные) должны сходиться.

Расхождение между двумя параллельными определениями (в процентах от среднего значения), выполненными в условиях повторяемости, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) $r_{отн}$, приведенного в таблице 2, при вероятности $P = 0{,}95$.

При соблюдении этого условия за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{ср}$, округленное до второго десятичного знака.

Границы относительной погрешности определения массовой концентрации (массовой доли) аскорбиновой кислоты ±δ %, при соблюдении условий, регламентированных настоящим методом, при вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Основные метрологические характеристики метода определения массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты

Наименование показателя (P = 0,95, n = 2)	Значение показателя при диапазонах измерений массовой концентрации, мг/дм^3, или массовой доли, млн$^{-1}$	
	От 5,0 до 100.0 включ.	От 101,0 до 1000 включ.
Предел повторяемости (сходимости) $r_{отн}$, %	6	3
Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	28	14
Граница относительной погрешности ± δ, %	20	10
Предел обнаружения метода, мг/дм^3 (млн$^{-1}$)	1,0	

Окончательный результат определения массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты представляют в следующем виде:

$$X_{ср} = \pm\Delta, \quad (6)$$

где $X_{ср}$ — среднее значение результатов двух параллельных определений массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

Δ — границы абсолютной погрешности определений массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты, мг/дм^3 (млн$^{-1}$), рассчитанные по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X_{ср}}{100}. \quad (7)$$

9 Контроль точности результатов определения

9.1 Оперативный контроль повторяемости результатов определения

Оперативный контроль повторяемости результатов определения массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты проводят при получении каждого результата определения путем сравнения расхождения между результатами двух параллельных определений (в процентах от среднего значения) с пределом повторяемости (сходимости), приведенным в таблице 2.

Повторяемость результатов признают удовлетворительной при условии

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 r_{отн} X_{ср}. \quad (8)$$

При превышении предела повторяемости (сходимости) определение повторяют. При повторном превышении указанного предела выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, их устраняют и определение повторяют.

9.2 Оперативный контроль воспроизводимости результатов определения

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых определений, которые получены в условиях воспроизводимости (одна и та же методика, идентичный объект определения, разные лаборатории, разные операторы, различное оборудование), не должно превышать предела воспроизводимости, приведенного в таблице 2. При превышении указанного предела воспроизводимости контрольное определение повторяют. При повторном превышении указанного предела воспроизводимости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

9.3 Оперативный контроль погрешности (точности) результатов определения

Для проведения оперативного контроля погрешности определение проводят в пробах, объем или масса которых должны соответствовать удвоенному их количеству, необходимому для проведения определения. Пробу делят на две равные части. В одну из них добавляют стандартный раствор аскор-

биновой кислоты в таких количествах, чтобы добавка составляла 50 %—150 % исходного содержания компонента в пробе, но не превышала верхней границы диапазона определения массовой концентрации или массовой доли компонента с учетом границ погрешности определения (см. таблицу 2). В обеих частях пробы проводят определение в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Результаты контрольных определений признают удовлетворительными, если погрешность определения массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты в добавке не превышает норматива оперативного контроля погрешности (точности), то есть выполняется условие

$$|X_{доб} - X_{ср} - c_{доб}| \leq K_{доб}, \quad (9)$$

где $X_{доб}$ — среднее значение двух определений массовой концентрации (массовой доли) аскорбиновой кислоты в пробе с добавкой, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$X_{ср}$ — среднее значение двух определений массовой концентрации (массовой доли) аскорбиновой кислоты в пробе без внесения добавки, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$c_{доб}$ — значение добавки аскорбиновой кислоты, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$K_{доб}$ — норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм^3 (млн$^{-1}$).

При проведении внутрилабораторного контроля (P = 0,90) значение $K_{доб}$ рассчитывают по формуле

$$K_{доб} = 0{,}84 \cdot \frac{\delta}{100} \cdot \sqrt{X_{доб}^2 + X_{ср}^2}. \quad (10)$$

При проведении внешнего контроля (P = 0,95) значение $K_{доб}$ рассчитывают по формуле

$$K_{доб} = \frac{\delta}{100} \cdot \sqrt{X_{доб}^2 + X_{ср}^2}, \quad (11)$$

где δ — границы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли аскорбиновой кислоты, указанные в таблице 2.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности проводят повторные контрольные определения. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля погрешности (точности) устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ. При замене оборудования, колонок, реактивов или при построении новой градуировочной зависимости проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

При работе с химическими реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. При подготовке проб к анализу и выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, по электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

10.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженер-химик, техник или лаборант, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие инструкцию по эксплуатации метода высокоэффективной жидкостной хроматографии. Первое применение метода высокоэффективной жидкостной хроматографии в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)

Хроматограммы и спектры поглощений стандарта L-аскорбиновой кислоты и аскорбиновой кислоты в пробе апельсинового сока

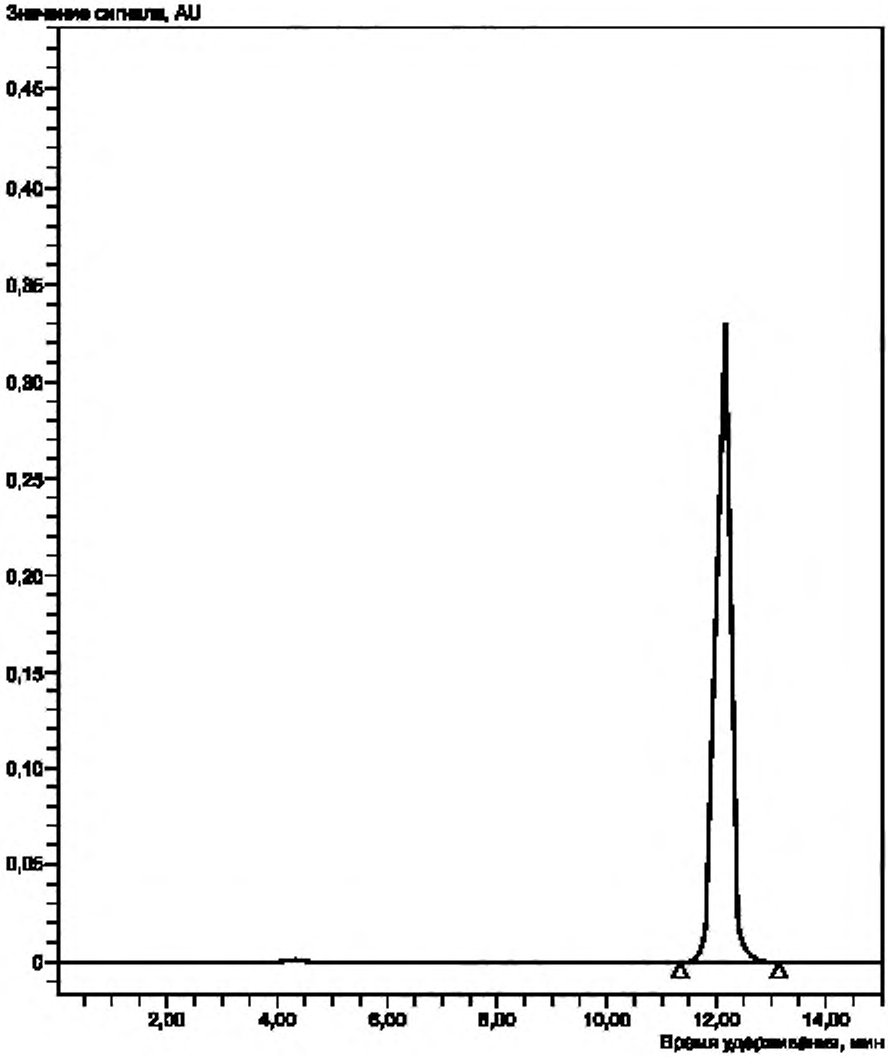


Рисунок А.1 — Хроматограмма стандартного раствора L-аскорбиновой кислоты (время удерживания — 12,147 мин)

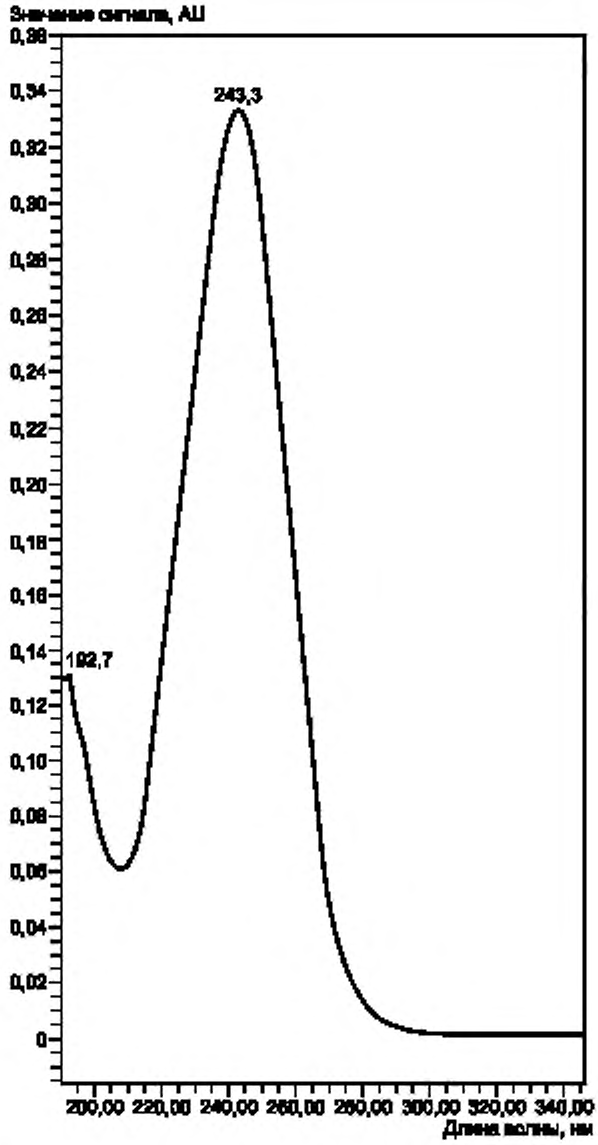


Рисунок А.2 — Спектр поглощения стандартного раствора L-аскорбиновой кислоты

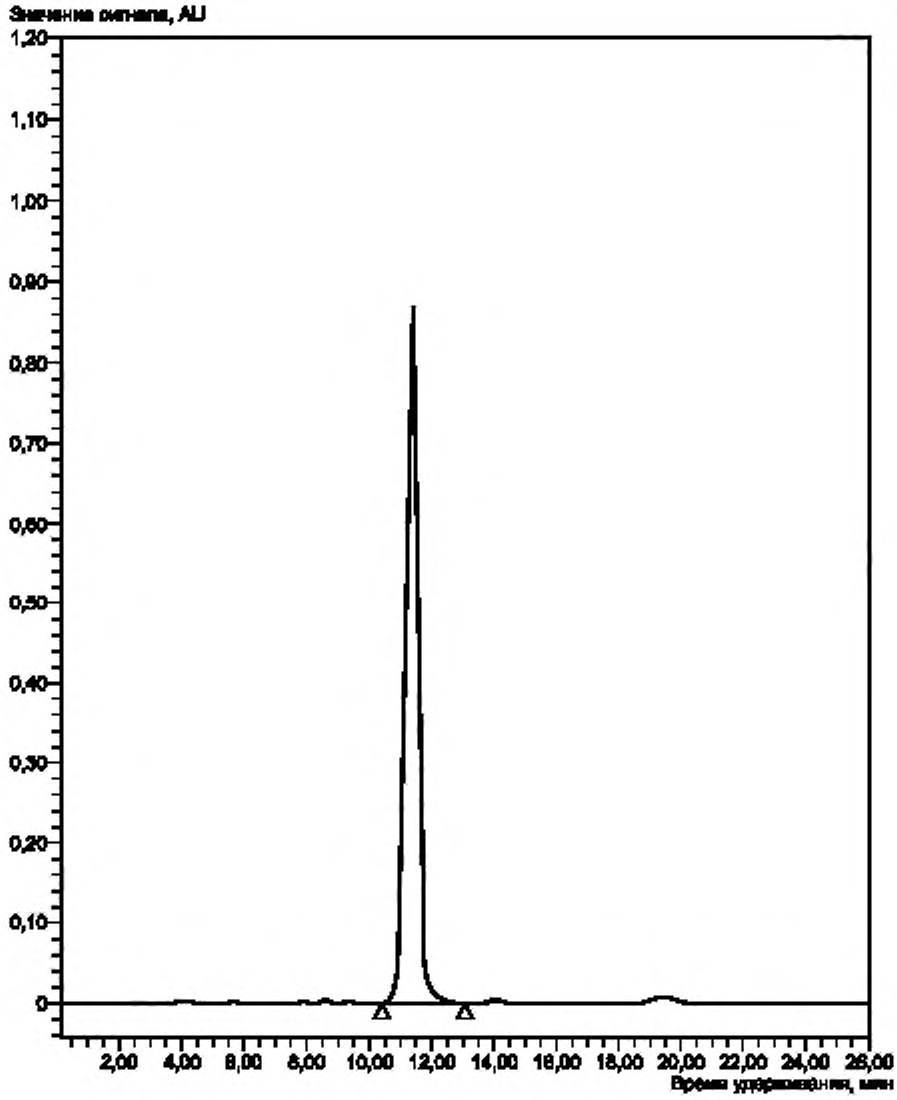


Рисунок А.3 — Хроматограмма L-аскорбиновой кислоты в апельсиновом соке (время удерживания — 11,451 мин)

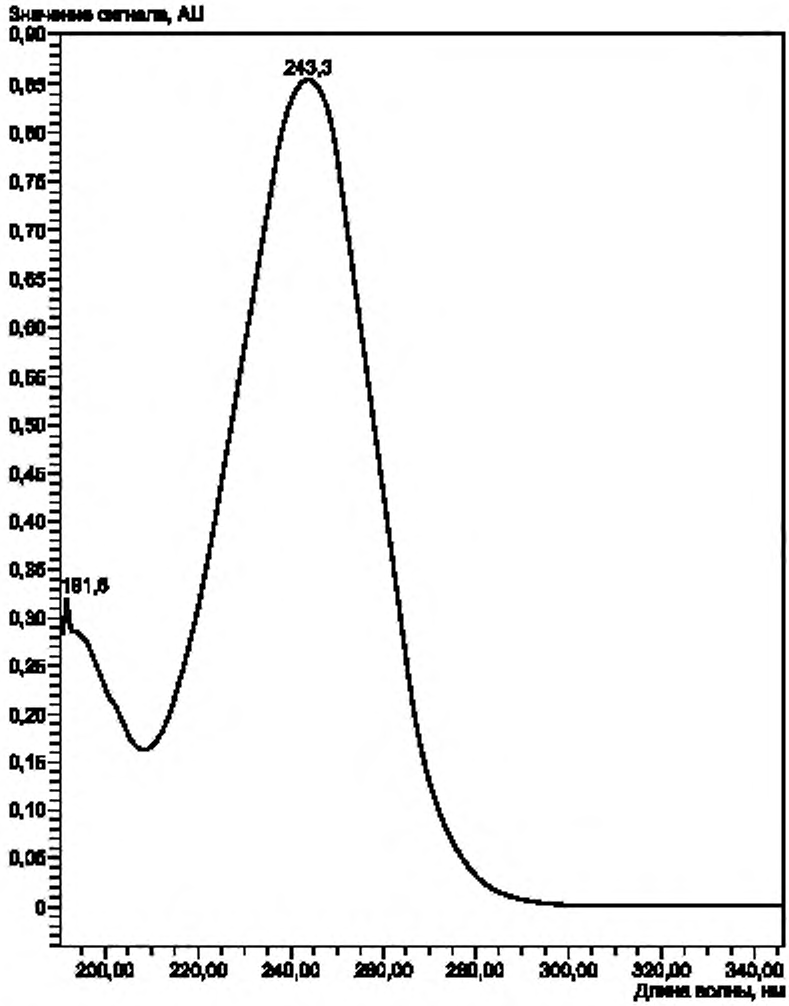


Рисунок А.4 — Спектр поглощения L-аскорбиновой кислоты в апельсиновом соке

Библиография

[1] ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080
67.050

Ключевые слова: соковая продукция, аскорбиновая кислота, сущность метода, высокоэффективная жидкостная хроматография, стандартные градуировочные растворы, массовая концентрация, предел повторяемости (сходимости), границы относительной погрешности

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 12.11.2019. Подписано в печать 02.12.2019. Формат 60×84 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 во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru