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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31718— 2012

СОКИ И СОКОВАЯ ПРОДУКЦИЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Определение стабильных изотопов кислорода методом масс-спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» Министерства образования Российской Федерации (ГОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 октября 2012 г. № 51)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1460-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31718—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53584—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2013

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 Термины, определения, обозначения и сокращения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Отбор и подготовка проб . . . 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы, стандартные вещества и растворы . . . 3
7 Проведение определения . . . 4
8 Обработка результатов измерений . . . 5
9 Метрологические характеристики метода . . . 5
10 Требования безопасности . . . 6
11 Протокол испытаний . . . 6
Приложение А (справочное) Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода в водной фракции соков и соковой продукции $\delta^{18}O_{SMOW}$. 7
Библиография . . . 8

Поправка к ГОСТ 31718—2012 Соки и соковая продукция. Идентификация. Определение стабильных изотопов кислорода методом масс-спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СОКИ И СОКОВАЯ ПРОДУКЦИЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Определение стабильных изотопов кислорода методом масс-спектрометрии

Juices and juice products. Identification.
Determination of stable oxygen isotopes by mass-spectrometry method

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соки и соковую продукцию, в том числе для детского питания, и устанавливает применяемый для целей идентификации, в том числе подлинности указанной продукции, метод определения изотопного состава кислорода ($^{18}O/^{16}O$) в водной фракции продуктов с применением масс-спектрометрии стабильных изотопов.

Изотопный состав кислорода исследуемого продукта относительно международного стандарта SMOW характеризует величина $\delta^{18}O_{SMOW}$, выражаемая в промилле.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-3—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-4—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-5—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12162—77 Двуокись углерода твердая. Технические условия

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91(ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по [1], а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **изотопный состав кислорода:** Величина $\delta^{18}O_{SMOW}$, выраженная в промилле, представляющая собой отклонение от международного стандарта SMOW и характеризующая количественное соотношение изотопов кислорода массой 18 и изотопов кислорода массой 16, измеренное для двуокиси углерода, полученной из пробы, и двуокиси углерода, используемой в качестве стандартного газа.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения и обозначения:

промилле (‰) — одна тысячная доля числа или 1/10 процента;

$^{18}O/^{16}O$ — соотношение изотопов кислорода с массами 18 и 16 в анализируемой пробе;

$\delta^{18}O_{SMOW}$ — изотопный состав кислорода относительно международного стандарта SMOW, в промилле;

IRMS/SIRA — масс-спектрометрия изотопных соотношений/анализ соотношений стабильных изотопов (Isotope Ratio Mass Spectrometry/Stable Isotope Ratio Analysis);

SMOW — международный стандарт изотопного состава среднеокеанической воды (Standard Mean Ocean Water);

SLAP — международный стандарт изотопного состава водорода атмосферных осадков Антарктиды (Standard Light Antarctica Precipitation);

GISP — международный стандарт изотопного состава водорода атмосферных осадков ледяного покрова Гренландии (Greenland Ice Sheet Precipitation);

МАГАТЭ — Международное агентство по атомной энергии (International Atomic Energy Agency).

4 Сущность метода

Изотопный состав кислорода $\delta^{18}O_{SMOW}$ определяют методом масс-спектрометрии стабильных изотопов, основанным на одновременном точном измерении масс 44 ($^{12}C^{16}O_2$) и 46 ($^{12}C^{16}O^{18}O$), которые характерны для всех изотопных комбинаций элементов в газообразной двуокиси углерода, после завершения реакции изотопного обмена.

Изотопный состав кислорода $\delta^{18}O_{SMOW}$ двуокиси углерода определяют после завершения реакции изотопного обмена [2], при достижении равновесного состояния с водой анализируемой пробы, определяемого формулой

$$C^{16}O_2 + H_2{}^{18}O \leftrightarrow C^{16}O^{18}O + H_2{}^{16}O. \quad (1)$$

5 Отбор и подготовка проб

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

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы, стандартные вещества и растворы

6.1 Химические реактивы, стандартные вещества и растворы

6.1 Двуокись углерода газообразная с объемной долей основного вещества не менее 99,995 % в газовом баллоне, снабженном соответствующим редуктором давления.

6.1.2 Вода по стандарту SMOW категории МАГАТЭ*.

6.1.3 Вода по стандарту SLAP категории МАГАТЭ*.

6.1.4 Двуокись углерода твердая по ГОСТ 12162.

6.2 Средства измерений и оборудование

6.2.1 Масс-спектрометр IRMS/SIRA для анализа стабильных изотопов.

Для проведения анализа может быть использован масс-спектрометр для измерения соотношений стабильных изотопов любой модели и изготовителя аналитического оборудования.

Масс-спектрометр должен обеспечивать получение данных об изотопном составе кислорода $\delta^{18}O_{SMOW}$ в диапазоне природных вариаций $\delta \leq 0{,}06$ ‰.

Масс-спектрометр IRMS/SIRA включает:

1) тройной универсальный коллектор, обеспечивающий одновременное измерение ионов с массами 44 и 46;

2) систему напуска, обеспечивающую ввод двуокиси углерода в масс-спектрометр после достижения равновесного состояния с водой анализируемой пробы и водой по SMOW или специализированные инструментальные системы подготовки пробы, работающие в потоке газа-носителя гелия и позволяющие проводить количественное выделение воды пробы, реакцию изотопного уравновешивания и ввод двуокиси углерода в масс-спектрометр IRMS/SIRA после достижения равновесного состояния с водой анализируемой пробы через специальные интерфейсные устройства*. Последние обеспечивают независимую подачу пробы и воды по SMOW в масс-спектрометр IRMS/SIRA через систему игольчатого натекателя, что позволяет избежать изотопного фракционирования (при применении внутрипоточной системы рекомендуется использовать в определении вторичный стандарт**).

3) компьютер с программным обеспечением для автоматической обработки получаемых результатов.

6.2.2 Весы с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг.

6.2.3 Пипетки 1-2-1, 1-2-5, 1-2-10 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

6.2.4 Пипетки градуированные 1-2-2-25 по ГОСТ 29227 или дозаторы пипеточные с аналогичными или изменяемыми объемами доз с относительной погрешностью дозирования ± 1 %, или импортные с аналогичными характеристиками.

6.2.5 Дозаторы автоматические или пипетки стеклянные градуированные с подходящим интервалом дозирования и известной точностью дозирования.

6.2.6 Емкости вакуумные***, калиброванные по объему, для пробы и воды по SMOW и SLAP из боросиликатного стекла вместимостью от 10 до 30 $см^3$, снабженные герметичной крышкой с установленным вентилем и штуцером для соединения с вакуумным насосом и газовым баллоном и устойчивые для работы под давлением не менее 80000 Па.

---

* «Международное агентство по атомной энергии», Австрия, Вена, P.O. Box 100, Wagramer Strasse 5, A-1400.

** Допускается использование специальных интерфейсных устройств, находящихся в продаже и осуществляющих ввод газообразной двуокиси углерода в масс-спектрометр IRMS/SIRA. Интерфейсные устройства должны обеспечивать соблюдение условий определения и воспроизведения результатов, установленные настоящим стандартом. В качестве устройства для изотопного уравновешивания может быть использовано оборудование «GasBench» (Thermo Scientific), устройство пиролитическое типа «EA/TC», «Flash HT» или «H-Device» (Thermo Scientific). В качестве измерительного оборудования могут быть использованы изотопные IRMS/SIRA-масс-спектрометры модельного ряда «Delta V» (Thermo Scientific). Указанное оборудование рекомендуется для применения. Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение этого оборудования.

*** В качестве вакуумных емкостей могут быть использованы емкости из боросиликатного стекла марок «Schott Duran», «Arc International», «Pyrex» или «Symax». Указанное оборудование рекомендуется для применения. Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение этих вариантов оборудования.

6.2.7 Насос вакуумный, конструктивные характеристики которого обеспечивают создание в вакуумной емкости пониженного давления величиной не более 0,13 Па.

6.2.8 Баня водяная, снабженная термостатом, обеспечивающая эффективное перемешивание, пригодная для поддержания температуры (25 ± 0,5) °С.

6.2.9 Система охлаждения*, оснащенная измерителем температуры, позволяющим проводить измерения с точностью ± 0,1 °С, и пригодная для охлаждения с помощью твердой двуокиси углерода («сухого льда») органических проб, помещенных в вакуумную емкость, до температуры не выше минус 78 °С.

6.2.10 Система лабораторная**, пригодная для удаления из газообразной двуокиси углерода водяных паров путем охлаждения «сухим льдом» до температуры не выше 78 °С или путем их химического связывания.

6.2.11 Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и лабораторного оборудования с техническими характеристиками, не уступающими перечисленным выше.

7 Проведение определения

7.1 Условия проведения определения

Пробу анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

При подготовке и проведении определения должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 10 °С до 25 °С включ.;
- относительная влажность воздуха от 40 % до 70 % включ.

7.2 Проведение реакции изотопного обмена для достижения равновесного состояния

В вакуумную емкость с помощью автоматического дозатора или стеклянной пипетки вносят от 2 до 5 $см^3$ неконцентрированного сока или соковой продукции, в том числе для детского питания (нектара, сокосодержащего напитка, морса, пюре, мякоти, клеток, ароматобразующих веществ). При определении соотношения стабильных изотопов кислорода в концентрированных соках и соковой продукции в вакуумную емкость вносят около 2 г продукта. Емкость герметично укупоривают и помещают в систему для охлаждения с тем, чтобы в течение 5—8 мин охладить до температуры не выше минус 78 °С.

Охлажденную вакуумную емкость соединяют с вакуумным насосом и путем создания в ней пониженного давления не более 0,13 Па удаляют воздух. Затем на вакуумной емкости закрывают запорный вентиль и отсоединяют ее от насоса, после чего соединяют с баллоном с газообразной двуокисью углерода. Открывают запорный вентиль на емкости и создают в ней повышенное давление двуокиси углерода, равное 80000 Па. Давление регулируют редуктором газового баллона.

Закрывают запорный вентиль на вакуумной емкости, отсоединяют ее от газового баллона и помещают ее в водяную баню, снабженную термостатом, для проведения реакции изотопного обмена. Равновесное состояние с водой пробы достигается после выдерживания емкости при температуре (25 ± 0,5) °С в течение 15 ч.

После достижения равновесного состояния вакуумную емкость соединяют с лабораторной системой для предварительного удаления водяных паров из двуокиси углерода без фракционирования изотопов, затем направляют газ в систему напуска масс-спектрометра IRMS/SIRA.

---

* Допускается использование специальных систем, находящихся в продаже, для подготовки проб для определения состава стабильных изотопов кислорода в продуктах органического происхождения методом IRMS/SIRA-масс-спектрометрии. Для проведения реакции изотопного уравновешивания может быть использовано устройство «GasBench» (Thermo Scientific). Указанное оборудование рекомендуется для применения. Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение этих вариантов оборудования. Системы подготовки проб должны обеспечивать соблюдение условий определения и воспроизведения результатов, установленные настоящим стандартом.

** Допускается использование специальных систем, находящихся в продаже, для подготовки проб для определения состава стабильных изотопов кислорода в продуктах органического происхождения методом IRMS/SIRA-масс-спектрометрии. Для проведения реакции изотопного уравновешивания может быть использовано устройство «GasBench» (Thermo Scientific). Указанное оборудование рекомендуется для применения. Эта информация приведена для сведения пользователей настоящего стандарта и не означает, что стандарт устанавливает обязательное применение этих вариантов оборудования. Системы подготовки проб должны обеспечивать соблюдение условий определения и воспроизведения результатов, установленные настоящим стандартом.

7.3 Определение соотношения изотопов

Определение соотношения изотопов кислорода $^{18}O/^{16}O$ в газообразной двуокиси углерода после достижения равновесного состояния, проводят на масс-спектрометре IRMS/SIRA с использованием стандартного газа. В качестве стандартного газа применяют газообразную двуокись углерода со степенью очистки не менее 99,995 %.

Результаты определения представляют в виде величины изотопного состава кислорода $\delta^{18}O_{SMOW}$, ‰. При необходимости, величину изотопного состава кислорода рассчитывают в соответствии с разделом 8.

7.4 Калибровка

Калибровку с применением стандартного газа проводят с применением воды по SMOW и SLAP. Реакцию изотопного обмена проводят с объемом воды по SMOW и SLAP, эквивалентным объему пробы, использованному при проведении определения в соответствии с условиями 7.2. Определение соотношения изотопов, выражаемых величинами $\delta^{18}O_{SMOW}$ и $\delta^{18}O_{SLAP}$, в стандартах воды проводят по 7.3.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Расчет соотношения изотопов кислорода проводят с применением воды по SMOW и SLAP.

В качестве стандартного газа используют ту же двуокись углерода, которую применяют для проведения реакции изотопного обмена в соответствии с условиями 7.2 при анализе проб и воды по SMOW и SLAP по 7.4.

Изотопный состав кислорода массой 18 в пробе по отношению к воде по SMOW $\delta^{18}O_{SMOW}$ (‰), вычисляют по формуле

$$\delta^{18}O_{SMOW} = \frac{\delta_{пр} - \delta_{SMOW}}{\delta_{SMOW} - \delta_{SLAP}} \cdot 55{,}5, \qquad (2)$$

где $\delta_{пр}$ — изотопный состав водорода пробы ($\delta^{18}O_{пр}$);

δ_{SMOW} — изотопный состав водорода по стандарту SMOW ($\delta^{18}O_{SMOW}$);

δ_{SLAP} — изотопный состав водорода по стандарту SLAP ($\delta^{18}O_{SLAP}$).

Установленная величина $\delta^{18}O_{SLAP}$ в воде по стандарту SLAP составляет минус 55,5 ‰ SMOW [3].

8.2 Результаты определения изотопного состава кислорода $\delta^{18}O_{SMOW}$ применяют в соответствии с требованиями, действующими на территории государства, принявшего стандарт и при подтверждении соответствия, в том числе при идентификации, установлении подлинности соков и соковой продукции.

9 Метрологические характеристики метода

Основные метрологические характеристики метода приведены в приложении А.

9.1 Предел повторяемости (сходимости)

Расхождение между результатами двух измерений, полученными одним оператором для одной и той же пробы с использованием одного и того же оборудования за наименьший интервал времени, будет превышать предел повторяемости (сходимости) *r* в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном применении метода.

Установленные значения предела повторяемости (сходимости) составляют:

- для апельсинового сока r = 0,22 ‰;
- яблочного сока r = 0,45 ‰;
- воды по GISP r = 0,23 ‰.

9.2 Предел воспроизводимости

Расхождение между двумя отдельными результатами, полученными в двух разных лабораториях для одной и той же пробы, будет превышать предел воспроизводимости *R* в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном применении метода.

Установленные значения предела воспроизводимости составляют:

- для апельсинового сока R = 0,33 ‰;
- яблочного сока R = 0,58 ‰;
- воды по GISP R = 0,34 ‰.

9.3 Прецизионность метода

Под прецизионностью метода понимают характеристику измерения, отражающую степень близости его результатов к истинному значению измеряемой величины.

Количественной мерой прецизионности служит стандартное отклонение повторяемости (сходимости) для n = 10, где n — число измерений одной пробы стандартного газа — двуокиси углерода.

Стандартное отклонение s_r рассчитывают по формуле

$$S_r = \sqrt{\frac{1}{n-1}[(y_1 - \overline{y}_n)^2 + (y_2 - \overline{y}_n)^2 + \ldots + (y_n - \overline{y}_n)^2]}, \quad (3)$$

где n — число измерений;

$y_1, y_2, \ldots, y_n$ — результаты измерений;

$\overline{y}_n$ — среднеарифметическое значение результатов измерений.

Среднеарифметическое результатов измерений $\overline{y}_n$ рассчитывают по формуле

$$\overline{y}_n = \frac{1}{n}(y_1 + y_2 + , \ldots , + y_n). \quad (4)$$

9.4 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ ИСО 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений должны быть предусмотрены в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и требованиями, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

10 Требования безопасности

При работе на масс-спектрометре IRMS/SIRA следует соблюдать:

- правила эксплуатации устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением в соответствии с требованиями, действующими на территории государства, принявшего стандарт;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

При работе с чистыми веществами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

К работе на масс-спектрометре IRMS/SIRA допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже техника, владеющие техникой масс-спектрометрического анализа и изучившие инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

Требования к безопасности распространяются на средства измерения, применяемые для целей настоящего стандарта, с метрологическими характеристиками, не уступающими перечисленным в разделе 6.

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний приводят:

- ссылку на настоящий метод;
- вид, происхождение и название пробы;
- способ и дату отбора пробы;
- дату поступления и анализа пробы;
- результаты определения;
- причины отклонений в процедуре определения от установленных условий (при наличии).

Приложение А
(справочное)

Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода в водной фракции соков и соковой продукции $\delta^{18}O_{SMOW}$*

Таблица А.1 — Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода в водной фракции соков и соковой продукции $\delta^{18}O_{SMOW}$

Наименование показателя	Проба		
	Апельсиновый сок	Яблочный сок	Вода по GISP
Количество лабораторий, исключенных из эксперимента по оценке точности после его завершения	0	0	0
Количество лабораторий, оставшихся в эксперименте по оценке точности после его завершения	15	15	15
Количество подтвержденных результатов	45	45	42
Среднеарифметическое значение $\bar{y}$, ‰	2,52	–3,48	–24,72
Стандартное отклонение повторяемости (сходимости) s_r, ‰	0,08	0,16	0,08
Относительное стандартное отклонение повторяемости (сходимости) RSD_r, %	3,17	4,60	0,32
Предел повторяемости (сходимости) r, %	0,22	0,45	0,23
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, ‰	0,09	0,13	0,09
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, RSD_R, %	3,57	3,74	0,36
Предел воспроизводимости R, ‰	0,33	0,58	0,34
Примечание — Не выявлено зависимости между величинами r, R и $\bar{y}$.			

* Результаты, представленные в таблице А.1, получены в рамках эксперимента по оценке точности, проведенного в 1993 г. на четырех пробах в 15 лабораториях под руководством Рабочей группы № 1 ТК174 Европейского комитета по стандартизации согласно ГОСТ ИСО 5725-1 — ГОСТ ИСО 5725-6.

Библиография

[1] Свод правил для оценки качества фруктовых и овощных соков Ассоциации промышленности соков и нектаров из фруктов и овощей Европейского союза (Свод правил AIJN) (издание на русском языке). — М.: Новавита. — 2004.

[2] S. Epstein, T. Mayeda «Variation of ^{18}O content from natural sources»//Geochimica et Cosmochimica Acta. — 1953. — № 4. — p. 213—244.

[3] R. Confianti «Standards for stable isotope measurements in natural compounds»//Nature. — 1978. — № 271. — p. 534—536

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.160.20 Н59

Ключевые слова: соковая продукция, соковая продукция для детского питания, соки, нектары, сокосодержащие напитки, морсы, пюре, мякоть, клетки, ароматобразующие вещества, стабильные изотопы кислорода ^{18}O и ^{16}O, изотопный состав, $\delta^{18}O_{SMOW}$, $\delta^{18}O_{SLAP}$, промилле, IRMS, SIRA, масс-спектрометрия, идентификация, подлинность, стандарт воды SMOW, стандарт воды SLAP, стандарт воды GISP

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.04.2013. Подписано в печать 25.04.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 158 экз. Зак. 452.

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

Поправка к ГОСТ 31718—2012 Соки и соковая продукция. Идентификация. Определение стабильных изотопов кислорода методом масс-спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

(ИУС № 6 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru