МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32688—
2014**

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение сахаросодержащих ингредиентов методом масс-спектрометрии стабильных изотопов кислорода

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45)

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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2014 г. № 898-ст ГОСТ 32688—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте применены положения международного стандарта Комиссии Кодекс Алиментариус CODEX STAN 247—2005 Codex General Standard For Fruit Juices And Nectars (Единый стандарт на фруктовые соки и нектары) и стандарта AOAC 992.09 Sugar-Beet-Derived Syrups in Frozen Concentrated Orange Juice. $\delta^{18}O$ Measurements in Water (Сиропы, полученные из сахарной свеклы, в замороженном концентрированном апельсиновом соке. Определение показателя $\delta^{18}O$ в воде)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

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»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Средства измерений, стандартные вещества, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 2
6 Подготовка к проведению анализа . . . 3
7 Проведение анализа . . . 4
8 Обработка результатов анализа . . . 5
9 Метрологические характеристики . . . 5
10 Контроль качества результатов измерений . . . 6
11 Требования безопасности . . . 6
Приложение А (справочное) Лабораторная система для очистки двуокиси углерода . . . 7
Приложение Б (справочное) Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока с сахаросодержащим сиропом из сахарной свеклы . . . 8
Библиография . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение сахаросодержащих ингредиентов методом масс-спектрометрии стабильных изотопов кислорода

Foodstuffs. Determination of sugar-containing ingredients by mass spectrometry of stable oxygen isotopes

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жидкую пищевую продукцию растительного происхождения, в том числе концентрированные соки, пюре и растительные экстракты, и устанавливает масс-спектрометрический метод определения сахаросодержащих ингредиентов, внесенных в продукцию в виде сиропов, доля которых составляет от 0 % до 40 %, путем анализа изотопного состава кислорода $^{18}O/^{16}O$ в водной фракции продукции, характеризуемого величиной $\delta^{18}O_{SMOW}$.

Примечание — Настоящий стандарт рекомендуется применять в целях апробации и накопления дополнительной информации в части его применения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 177 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 2768 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12162 Двуокись углерода твердая. Технические условия

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

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные. Типы. Основные параметры и размеры

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

ГОСТ 26671 Продукты переработки плодов 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

Издание официальное

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 $\delta^{18}O_{SMOW}$, ‰: Величина, характеризующая состав изотопов кислорода с массами 18 и 16 в водной фракции продукта, анализируемой относительно международного стандартного вещества — среднеокеанической воды *Standard Mean Ocean Water (SMOW)*.

3.2 $\delta^{13}C_{PDB}$, ‰: Величина, характеризующая состав изотопов углерода с массами 13 и 12 в пробе, анализируемой относительно международного стандартного вещества — ископаемого ракушечника *Belemnitella Americana* из месторождения в Южной Каролине (США).

4 Сущность метода

Сущность метода определения сахаросодержащих ингредиентов заключается в проведении реакции обмена изотопов кислорода между водной фракцией анализируемой продукции и рабочим стандартным раствором — двуокисью углерода — до состояния равновесия, последующего отделения двуокиси углерода, ее очистки и определения изотопного состава $^{18}O/^{16}O$ с помощью масс-спектрометра.

5 Средства измерений, стандартные вещества, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

5.1 Масс-спектрометр[1)] для измерения изотопных соотношений, обеспечивающий точность измерений по массе 46 (изотопомер двуокиси углерода $^{12}C^{16}O^{18}O$) не более 0,06 % в диапазон массовых чисел 1—70 а. е. м., с разрешающей способностью не менее 95 $M/\Delta M$ (на уровне 10 % от максимальной интенсивности пика по массе изотопомера двуокиси углерода 44) и среднеквадратическим отклонением (СКО) выходного сигнала при использовании двойной системы напуска газа не более 0,1 ‰.

5.2 Система лабораторная[2)] для проведения реакции изотопного обмена, состоящая из пластиковых медицинских шприцов вместимостью 60 $см^3$, снабженных стальными иглами длиной 2,5 см (внешний диаметр 0,7 мм, внутренний диаметр 0,4 мм), карусельного держателя диаметром 40 см, снабженного устройствами фиксации для шприцов и электрическим приводом для обеспечения скорости вращения 10—12 об/мин.

5.3 Система лабораторная[2)] для очистки двуокиси углерода, состоящая из герметичных стеклянных коллекторов, емкостей для жидкого азота, приемника для пробы и вакуумного источника (см. рисунок А.1).

5.4 Ареометр общего назначения по ГОСТ 18481, обеспечивающий измерение с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,2 $кг/м^3$.

5.5 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 г.

5.6 Баня масляная, обеспечивающая поддержание температуры 200 °С — 220 °С.

[1)] Масс-спектрометры модельного ряда Delta V (ThermoScientific). Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

[2)] Лабораторная система GasBench II (ThermoScientific). Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

5.7 Насос вакуумный мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336, обеспечивающий разрежение от 2,5 до 10,0 кПа.

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

5.9 Международное стандартное вещество *SMOW* или эквивалентное международное стандартное вещество — вода категории МАГАТЭ (Международное агентство по атомной энергии) со значением $\delta^{18}O_{SMOW}$ согласно паспорту на стандартное вещество.

5.10 Международное стандартное вещество — известняк *NIST RM* 8544-*NBS* 19, или карбонит *NIST RM* 8543-*NBS* 18, или эквивалентное стандартное вещество — карбонат категории МАГАТЭ со значением $\delta^{13}C_{PDB}$ и $\delta^{18}O_{SMOW}$ согласно паспорту на стандартное вещество.

5.11 Международное стандартное вещество *PDB* категории МАГАТЭ со значением $\delta^{13}C_{PDB}$/ $\delta^{18}O_{SMOW}$ согласно паспорту на стандартное вещество.

Примечание — В настоящее время МАГАТЭ предоставляет международное стандартное вещество — мрамор (*VPDB*), которое является заменителем *PDB*.

5.12 Кислота ортофосфорная концентрированная массовой долей основного вещества 85 % — 87 % по ГОСТ 6552.

5.13 Азот жидкий по ГОСТ 9293.

5.14 Двуокись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162.

5.15 Ацетон технический по ГОСТ 2768.

5.16 Оксид фосфора P_2O_5, ч. д. а.

5.17 Перекись водорода концентрированная массовой долей основного вещества 30 % — 40 % по ГОСТ 177.

5.18 Оксид хрома CrO_3 (VI).

5.19 Шарики стальные диаметром 1,8 см.

5.20 Пипетки стеклянные градуированные по ГОСТ 29227.

5.21 Стаканы химические вместимостью 2000 см^3 по ГОСТ 25336.

5.22 Емкость из темноокрашенного стекла с герметичной укупоркой.

5.23 Палочки стеклянные для перемешивания.

5.24 Допускается использование других средств измерений, стандартных веществ, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, имеющих аналогичные или лучшие метрологические и технические характеристики.

6 Подготовка к проведению анализа

6.1 Отбор проб

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

6.2 Подготовка к проведению анализа

6.2.1 Приготовление суспензии из сухого льда и ацетона

Сухой лед по 5.14 в количестве 500 г разбивают молотком на мелкие гранулы, предварительно завернув крупные куски в плотную ткань. Гранулы помещают в керамическую емкость вместимостью 1500 см^3. К гранулам при помешивании добавляют ацетон по 5.15 до получения кашеобразной суспензии.

Охлаждающую суспензию готовят непосредственно перед анализом (см. 7.2). Температура свежеприготовленной массы составляет от минус 80 °С до минус 86 °С. Охлаждающая суспензия не подлежит хранению.

6.2.2 Приготовление безводной 100%-ной ортофосфорной кислоты

Взвешивают 2010 г оксида фосфора по 5.16 и вносят в химический стакан подходящей вместимости, в который предварительно помещают 4300 г концентрированной ортофосфорной кислоты по 5.12. Перемешивают содержимое стакана. Вносят в стакан 10 мг оксида хрома по 5.18, перемешивают. Цвет содержимого стакана должен стать желтым.

Стакан помещают в масляную баню, предварительно прогретую до температуры 200 °С. Выдерживают стакан при данной температуре в течение 7 ч до изменения цвета раствора на зеленый. Добавляют к содержимому стакана 3 см^3 концентрированной перекиси водорода по 5.17, затем повышают температуру бани до 220 °С и выдерживают раствор в течение следующих 4,5 ч.

По истечении данного времени проводят измерение плотности полученного раствора в стакане ареометром. Измеренное значение для безводной 100%-ной ортофосфорной кислоты должно составлять от 1,90 до 1,92 кг/м^3. При соответствии данному условию нагрев прекращают и переливают готовую кислоту в емкость из темноокрашенного стекла, которую герметично укупоривают.

Срок хранения безводной 100%-ной ортофосфорной кислоты в герметично укупоренной емкости из темноокрашенного стекла при комнатной температуре — не более 1 мес.

Примечание — Так как безводная 100%-ная ортофосфорная кислота сильно гигроскопична, то емкость открывают только в целях отбора необходимого количества реактива для использования согласно настоящему стандарту. В случае сильного повышения вязкости раствора или его полимеризации готовят свежий реактив.

7 Проведение анализа

7.1 Проведение реакции изотопного обмена

Для проведения реакции изотопного обмена помещают стальной шарик (см. 5.19) в пустой шприц (см. 5.2), с помощью пипетки вносят в шприц 30 см^3 анализируемой пробы. Вставляют в шприц поршень, затем удаляют из внутреннего объема шприца как можно больше воздуха.

Присоединяют к шприцу стальную иглу. Затем через резиновую мембрану, которая герметично укупоривает выход из капилляра, соединенного с редуктором газового баллона с двуокисью углерода, отбирают в шприц около 20 см^3 углекислого газа. После отбора газа удаляют иглу из мембраны и плотно закрывают ее, помещая кончик иглы в резиновую пробку.

Помещают шприц в фиксатор карусельного держателя. Включают электрический привод для обеспечения вращения держателя в вертикальной плоскости при скорости 10—12 об/мин в течение 2 ч. Для обеспечения стабильного температурного режима карусельный держатель размещают в помещении или шкафу, температуру в котором поддерживают на уровне (25,0 ± 0,5) °С.

7.2 Очистка двуокиси углерода

После завершения реакции изотопного обмена извлекают шприц из фиксатора карусельного держателя, извлекают кончик иглы из резиновой пробки и вводят иглу шприца через мембрану из силиконовой резины *H* в приемное устройство *E* системы для очистки двуокиси углерода (см. рисунок А.1 приложения А), направляя в него весь объем двуокиси углерода из верхней части шприца *I* до запорного крана *F*. После заполнения приемного устройства *E* двуокисью углерода охлаждают переходник *D* системы жидким азотом. Охлаждающей суспензией по 6.2.1 удаляют воздух из первой ловушки *C* с помощью вакуумного насоса по 5.7. Водяной пар из анализируемой пробы остается в ловушках *B* и *C*, обеспечивая тем самым очистку равновесной двуокиси углерода. Очищенную двуокись углерода направляют в приемную емкость *A*.

7.3 Проведение анализа

Перед анализом проводят градуировку газообразной двуокиси углерода с помощью международного стандартного вещества по 5.10 согласно инструкции по эксплуатации масс-спектрометра для измерения изотопных соотношений.

Для получения из карбонатов газообразной двуокиси углерода проводят обработку международного стандартного вещества по 5.10 безводной 100%-ной ортофосфорной кислотой, приготовленной по 6.2.2.

Градуировку и настройку масс-спектрометра проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Значение $\delta^{13}C_{PDB}$, соответствующее значению, указанному в паспорте на стандартное вещество (см. 5.10), для двуокиси углерода применяют в измерениях как стандартное. Значение $\delta^{13}C_{PDB}$ проверяют перед каждым проведением анализа в рамках контрольного измерения. Отклонение значения показателя $\delta^{13}C_{PDB}$ от полученного ранее градуировочного уровня не должно превышать 0,5 ‰ (для n = 10).

Корректировку влияния изотопов кислорода по массе 45 изотопомера двуокиси углерода осуществляют в автоматическом режиме с помощью программного обеспечения, поставляемого изготовителем масс-спектрометра для измерения изотопных соотношений.

Анализ проб проводят сериями, количество проб в которых определяет оператор оборудования. Каждую пробу анализируют в двух повторностях. Анализ проводят согласно инструкции по эксплуатации оборудования путем напуска очищенной двуокиси углерода соответствующей анализируемой пробы из приемной емкости *A* (см. 7.2) в масс-спектрометр для измерения изотопных соотношений.

Масс-спектрометр регистрирует интенсивности пиков изотопомеров двуокиси углерода, информация о которых передается в компьютерную рабочую станцию, которая рассчитывает соответствующие значения изотопных отношений показателя $\delta^{18}O_{SMOW}$ (‰).

В каждую серию, состоящую из нескольких анализируемых проб, включают как минимум две параллельные пробы международного стандартного вещества *SMOW*. Измерение показателя $\delta^{18}O_{SMOW}$ для международного стандартного вещества *SMOW* проводят перед началом и в конце анализа проб продукции.

8 Обработка результатов анализа

Количественный расчет значений величин $\delta^{18}O_{SMOW}$, ‰, проводят с применением программного обеспечения для регистрации и обработки данных, прилагаемого к масс-спектрометру по следующей формуле

$$\delta^{18}O_{SMOW} = \left[\frac{\left(^{18}O/^{16}O\right)_{\text{проба}}}{\left(^{18}O/^{16}O\right)_{SMOW}} - 1\right] \cdot 1000, \quad (1)$$

где ^{18}O и ^{16}O — тяжелые и легкие изотопы элемента кислорода.

В случае необходимости преобразования полученных расчетных данных применительно к рабочему стандартному веществу — газообразной двуокиси углерода — по отношению к международному стандартному веществу *PDB* рассчитывают $\delta_{(x\ \ PDB)}$, ‰, по следующей формуле

$$\delta_{(x-PDB)} = \delta_{(x-B)} + \delta_{(B-PDB)} + [(\delta_{(x-B)}) \cdot (\delta_{(B-PDB)})10^{-3}], \quad (2)$$

где $\delta_{(x\ \ B)}$ — результат анализа пробы продукта относительно рабочего стандартного вещества *B* (например, карбоната или известняка) и международного стандартного вещества *PDB*;

$\delta_{(B\ \ PDB)}$ — результат анализа рабочего стандартного вещества *B* (например, карбоната или известняка) относительно международного стандартного вещества *PDB*.

Рабочим стандартным веществом может являться как двуокись углерода высокой степени очистки (см. 5.8), так и двуокись углерода, получаемая из международного стандартного вещества — карбонатов (см. 5.10) согласно способу, описанному в 7.3.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $\delta^{18}O_{SMOW}$, округленное до второго десятичного знака. При представлении окончательного результата измерений наименьший разряд числового значения результата измерений должен быть таким же, как и наименьший разряд числового значения границ, в которых находится расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата $k = 2$ (абсолютная погрешность измерений при $P = 0,95$).

Результаты измерений регистрируют в протоколе в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

9 Метрологические характеристики

Результаты эксперимента по оценке точности метода определения сахаросодержащих ингредиентов на основе анализа изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока, доля сахаросодержащего сиропа из сахарной свеклы в котором составила 0 % — 40 %, приведены в приложении В [1]—[2].

Расхождение между двумя результатами анализов (δ_1 и δ_2, ‰), полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости, должно соответствовать условию

$$|\delta_1 - \delta_2| \le r, \quad (3)$$

где — предел повторяемости, ‰ (значение , соответствующее доле добавленного сахаросодержащего ингредиента в соответствии с таблицей Б.1 приложения Б).

Расхождение между двумя результатами анализов, полученными в двух лабораториях ($\delta_{1лаб}$ и $\delta_{2лаб}$, ‰) на идентичных образцах, должно соответствовать условию

$$|\delta_{1лаб} - \delta_{2лаб}| \le R, \quad (4)$$

где — предел воспроизводимости, ‰ (значение , соответствующее доле добавленного сахаросодержащего ингредиента в соответствии с таблицей Б.1 приложения Б).

10 Контроль качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов анализов в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с использованием проверки стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутрилабораторных документах системы качества. 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 Условия проведения работ

При проведении анализов следует соблюдать условия:

- электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и технической документации на масс-спектрометр;
- взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- безопасности при работе с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

11.2 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 масс-спектрометрического оборудования. Первое применение метода масс-спектрометрии соотношений стабильных изотопов легких элементов в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)

Лабораторная система для очистки двуокиси углерода

А.1 Лабораторная система для очистки двуокиси углерода приведена на рисунке А.1.

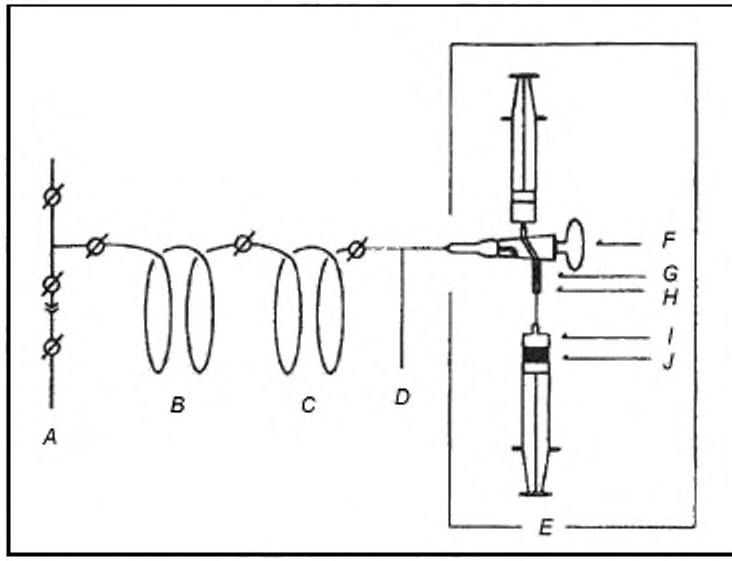


Рисунок А.1 — Лабораторная система для очистки двуокиси углерода после завершения реакции изотопного обмена

A — приемная емкость для сбора очищенной двуокиси углерода; *B* — ловушка № 2; *C* — ловушка № 1; *D* — переходник; *E* — приемное устройство, состоящее из: *F* — запорного крана, *G* — стеклянного капилляра, *H* — мембраны из силиконовой резины, *I* — двуокись углерода в верхней части шприца; *J* — проба.

Приложение Б
(справочное)

Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока с сахаросодержащим сиропом из сахарной свеклы

Б.1 Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока с долей сахаросодержащего сиропа из сахарной свеклы от 0 % до 40 %, приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Продукт	Среднее арифметическое значение $\delta^{18}O_{SMOW}$, ‰	Показатель повторяемости S_r, ‰	Предел повторяемости r, ‰	Показатель воспроизводимости S_R, ‰	Предел воспроизводимости R, ‰	Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %
Доля сахаросодержащего ингредиента 0 % и 10 % (апельсиновый сок)	12,24	0,88	2,44	1,81	5,01	7,2	14,8
Доля сахаросодержащего ингредиента 30 % и 40 % (апельсиновый сок)	6,73	0,30	0,83	1,76	4,88	4,50	26,10
Примечание — Расчетные значения пределов повторяемости и воспроизводимости: $r = 2,77S_r$, $R = 2,77S_R$.							

Б.2 Значения показателя $\delta^{18}O_{SMOW}$, составляющие менее 8,9 ‰ в водной фракции жидкого продукта, свидетельствуют о присутствии добавленных сахаросодержащих ингредиентов, включающих геологическую воду (например, сиропы из сахарной свеклы и т. п.).

Библиография

[1] Journal of AOAC International, 1992. — 75. — pp. 1107—1111 — Delta ^{18}O measurements in water for detection of sugar beet-derived syrups in frozen concentrated orange juice: collaborative study

[2] AOAC International Official Method 992.09 — Sugar-Beet-Derived Syrups in Frozen Concentrated Orange Juice. $\delta^{18}O$ Measurements in Water. Stable Isotope ratio mass Spectrometric Method. First Action 1992, Final Action 1997, Revised: March 1998

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: пищевые продукты растительного происхождения, определение сахаросодержащих ингредиентов, метод масс-спектрометрии стабильных изотопов кислорода

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 19.11.2019. Подписано в печать 29.11.2019. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30.

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.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru