ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВЫХ ДОЛЕЙ СОРБИНОВОЙ И БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТ С ПОМОЩЬЮ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Издание официальное

БЗ 10—2002/200

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 21 мая 2003 г. № 149-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с методом Международной Федерации производителей плодовых соков № 63—1995 Консерванты. ВЭЖХ

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки. 1
3 Сущность метода 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы. 2
5 Отбор и подготовка проб 3
6 Порядок подготовки к выполнению испытаний. 3
7 Порядок выполнения испытаний. 4
8 Правила обработки и оформления результатов испытаний. 5
9 Контроль точности результатов испытаний 5
10 Требования безопасности. 6
Приложение А Перечень рекомендуемых сорбентов для ВЭЖХ 7
Приложение Б Методика расчета эффективности хроматографической колонки и степени хроматографического разделения. 7
Приложение В Типовые хроматограммы определения сорбиновой и бензойной кислот в продуктах переработки плодов и овощей. 8
Приложение Г Библиография. 10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения массовых долей сорбиновой и бензойной кислот с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

Processed fruits and vegetables. Method for determination of mass portions of sorbic and benzoic acids using high performance liquid chromatography

Дата введения 2004—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей и устанавливает метод определения массовых долей сорбиновой и бензойной кислот с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Метод позволяет проводить определение массовых долей сорбиновой и бензойной кислот в диапазоне 50—1500 млн$^{-1}$. Границы относительной погрешности определения массовых долей сорбиновой и бензойной кислот указаны в таблице 1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10521—78 Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на экстракции сорбиновой и бензойной кислот из пробы буферным раствором ацетата аммония, содержащим ацетонитрил, и количественном определении сорбиновой и бензойной кислот в экстракте с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с применением обращенно-фазовой колонки и спектрофотометрического детектора в ультрафиолетовой области спектра.

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г и ценой деления 0,01 г.

Жидкостный хроматограф с пределом допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала по площади или высоте пика не более 2 % и пределом обнаружения по антрацену (соотношение сигнал/шум равно 10) не более 0,01 мкг/см^3, состоящий из:

- насоса высокого давления с верхним пределом давления не менее 25 МПа, диапазоном регулирования подачи растворителя не менее (0,1—5) см^3/мин;
- петлевого устройства ввода пробы рабочим объемом петли 0,020 см^3;
- спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны, позволяющего проводить измерения оптической плотности при длине волны 235 нм, снабженного проточной кварцевой кюветой объемом не более 0,01 см^3;
- регистрирующего устройства (самописца или интегратора);
- колонки длиной 250 мм, внутренним диаметром 4 или 4,6 мм, заполненной обращенно-фазовым сорбентом с привитыми октадецильными группами (см. приложение А) размером частиц 5 мкм.

Микрошприц вместимостью 0,025 или 0,050 см^3.

pH-метр или универсальный иономер с погрешностью измерения не более ± 0,05 в диапазоне измерения pH от 4 до 9.

Электрод измерительный (стеклянный) для измерения pH и электрод сравнения (хлорсеребряный, каломельный или другой) или комбинированный электрод.

Баня ультразвуковая лабораторная рабочим объемом не менее 2 дм^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10, 25, 50, 250 и 1000 см^3.

Колба круглодонная по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см^3.

Насос водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336.

Пипетки по ГОСТ 29169, 1-го класса точности, вместимостью 1 и 2 см^3.

Дозаторы пипеточные [1] переменного объема дозирования в диапазоне 0,040—1,000 см^3 с относительной погрешностью дозирования ± 1 %.

Стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см^3.

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ по ГОСТ 12026.

Фильтры мембранные размером пор не более 0,5 мкм.

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, х.ч. [2].

Ацетонитрил, ч.д.а. [3].

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, ч.д.а. (ацетат аммония).

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х.ч., раствор массовой концентрации 150 г/дм^3 (раствор Карреза I).

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч.д.а., раствор массовой концентрации 300 г/дм^3 (раствор Карреза II).

Калий сорбат (сорбат калия), ч. [4] или сорбиновая кислота [5].

Натрий бензоат (бензоат натрия), ч. [6] или бензойная кислота по ГОСТ 10521, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих перечисленным выше. Допускается комплектация жидкостного хроматографа колонкой других размеров, заполненной сорбентом другого размера частиц, при условии обеспечения требований эффективности хроматографического разделения по 6.5.

5 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка их к испытаниям — по ГОСТ 26671.

6 Порядок подготовки к выполнению испытаний

6.1 Общие положения

Для приготовления экстрагирующего раствора используют дистиллированную воду и ацетонитрил категории ч.д.а. Для приготовления подвижной фазы для ВЭЖХ используют дистиллированную воду, подвергнутую вторичной перегонке в стеклянном оборудовании, и ацетонитрил категории «для жидкостной хроматографии».

6.2 Приготовление экстрагирующего раствора

Готовят водный раствор ацетата аммония массовой концентрации 0,8 г/дм^3. pH раствора доводят до 4,2—4,3 путем добавления по каплям уксусной кислоты. Полученный раствор смешивают с ацетонитрилом в объемном соотношении 3:2. Срок годности экстрагирующего раствора — одна неделя при хранении в плотно укупоренной посуде.

6.3 Приготовление подвижной фазы для жидкостной хроматографии

Готовят водный раствор ацетата аммония массовой концентрации 0,8 г/дм^3. pH раствора доводят до 4,2—4,3 путем добавления по каплям уксусной кислоты. Полученный раствор смешивают с ацетонитрилом в объемном соотношении 65:35. Указанное соотношение является ориентировочным, поскольку для обеспечения оптимального разделения пиков сорбиновой и бензойной кислот следует подобрать оптимальный состав подвижной фазы применительно к используемой хроматографической колонке (6.5). Полученную подвижную фазу рекомендуется профильтровать через мембранный фильтр. Перед использованием подвижную фазу дегазируют в круглодонной колбе под вакуумом на ультразвуковой бане или другим способом. Срок годности подвижной фазы — одна неделя при хранении в плотно укупоренной посуде.

6.4 Приготовление стандартных растворов бензойной и сорбиновой кислот

В качестве стандартных веществ используют бензойную и сорбиновую кислоты или бензоат натрия и сорбат калия.

Навески стандартных веществ массой по 10 мг помещают в мерные колбы вместимостью 50 см^3. В колбы вносят около 10 см^3 ацетонитрила для растворения бензойной и сорбиновой кислот или такой же объем экстрагирующего раствора, приготовленного по 6.2, для растворения бензоата натрия и сорбата калия. Содержимое колб перемешивают до полного растворения кристаллов, после чего объем содержимого в колбах доводят до метки экстрагирующим раствором, содержимое колб тщательно перемешивают, получают основные растворы. Массовые концентрации бензойной и сорбиновой кислот в основных растворах, приготовленных из самих кислот, составляют 200 мг/дм^3. Массовая концентрация бензойной кислоты в основном растворе, приготовленном из бензоата натрия, составляет 169,5 мг/дм^3. Массовая концентрация сорбиновой кислоты в основном растворе, приготовленном из сорбата калия, составляет 149,3 мг/дм^3.

Из основных растворов готовят не менее пяти рабочих растворов каждой кислоты в диапазоне массовых концентраций бензойной кислоты 0,2—1,5 мг/дм^3 и сорбиновой кислоты 0,1—1,0 мг/дм^3 путем точного разведения основных растворов экстрагирующим раствором в мерных колбах подходящей вместимости. Аликвоты основных растворов дозируют с помощью пипеточного дозатора. Приготовленные рабочие растворы рекомендуется профильтровать через мембранный фильтр.

Срок годности основных и рабочих растворов бензойной кислоты — 6 мес, сорбиновой кислоты — 2 мес при хранении при температуре 4 °С в плотно укупоренной посуде.

6.5 Подготовка хроматографа к работе

Условия хроматографического анализа:

- длина волны детектора — 235 нм;
- чувствительность детектора — 0,08 единицы оптической плотности по шкале (ориентировочное значение);
- скорость потока подвижной фазы — 0,5 см^3/мин (ориентировочное значение).

Проверку оптимальности условий хроматографического разделения (приложение Б) осуществляют путем хроматографического анализа смешанного раствора бензойной и сорбиновой кислот массовой концентрации каждой кислоты около 1 мг/дм^3. Данный раствор готовят из основных растворов бензойной и сорбиновой кислот по аналогии с методикой приготовления рабочих растворов по 6.4. Для хроматографического анализа петлю инжектора полностью заполняют исследуемым раствором. Эффективность хроматографического разделения признается удовлетвори-

тельной, если коэффициент разделения пиков сорбиновой и бензойной кислот составляет не менее 1,3, а число эффективных теоретических тарелок, рассчитанное по пику бензойной кислоты, составляет не менее 4000. В противном случае для достижения требуемой эффективности разделения экспериментальным путем подбирают новые условия хроматографического анализа, т. е. новый состав подвижной фазы (объемную долю ацетонитрила в ней) и скорость ее потока. При невозможности достижения требуемых условий эффективности хроматографического разделения проводят испытания других хроматографических колонок аналогичным образом.

Чувствительность детектора устанавливают так, чтобы высота пика сорбиновой кислоты при хроматографическом анализе рабочего раствора массовой концентрации 1,0 мг/дм^3 не выходила за пределы рабочей шкалы регистрирующего устройства, но находилась вблизи ее верхней границы.

Контроль эффективности хроматографического разделения проводят не реже одного раза в две недели.

7 Порядок выполнения испытаний

7.1 Экстракция сорбиновой и бензойной кислот

При испытании каждой пробы проводят два параллельных определения.

Навеску пробы массой 10 г переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. В колбу вносят 100 см^3 экстрагирующего раствора, приготовленного по 6.2. Колбу с содержимым выдерживают на ультразвуковой бане в течение 10 мин, после чего в колбу вносят по 5 см^3 растворов Карреза I и Карреза II, тщательно перемешивая содержимое колбы после каждого внесения. Объем содержимого в колбе доводят до метки водой, содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Аликвоту фильтрата объемом 1 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 10 см^3, объем содержимого в колбе доводят до метки подвижной фазой для ВЭЖХ. Полученный раствор используют для хроматографического анализа. Перед анализом рекомендуется профильтровать исследуемый раствор через мембранный фильтр.

7.2 Хроматографический анализ

7.2.1 Качественное обнаружение бензойной и сорбиновой кислот

Проводят хроматографический анализ рабочих растворов бензойной кислоты массовой концентрации 0,2 мг/дм^3 и сорбиновой кислоты массовой концентрации 0,1 мг/дм^3, полностью заполняя петлю инжектора. Регистрируют время удерживания и высоту пиков определяемых компонентов. Далее проводят хроматографический анализ экстракта из пробы или серии экстрактов из нескольких образцов. При обнаружении на хроматограмме экстракта из пробы пиков, совпадающих по времени удерживания с пиками бензойной и сорбиновой кислот, регистрируют их высоту и проводят количественное определение этих кислот.

7.2.2 Количественное определение бензойной и сорбиновой кислот

7.2.2.1 Градуировка хроматографа

Проводят хроматографический анализ всех рабочих растворов, полностью заполняя петлю инжектора. Регистрируют высоту пиков бензойной и сорбиновой кислот.

Высота пика бензойной или сорбиновой кислоты h, мм, и концентрация анализируемого компонента в рабочем растворе c, мг/дм^3, находятся в функциональной зависимости вида

$$c = K h, \tag{1}$$

где K — градуировочный коэффициент, мг/дм^3 мм.

Градуировочные коэффициенты K в формуле (1) для бензойной и сорбиновой кислот рассчитывают по результатам анализа рабочих растворов с помощью системы автоматизированной обработки данных или, при ее отсутствии в составе хроматографа по методу наименьших квадратов, полагая свободный член в уравнении регрессии равным нулю, по формуле

$$K = \frac{\Sigma (h_i c_i)}{\Sigma h_i^2}, \tag{2}$$

где h_i — высота пика бензойной или сорбиновой кислоты при анализе i-го рабочего раствора, мм;

c_i — массовая концентрация бензойной или сорбиновой кислоты в i-м рабочем растворе, мг/дм^3.

7.2.2.2 Анализ экстракта из пробы

Значения высоты пиков бензойной и сорбиновой кислот на хроматограмме экстракта из пробы, полученной по 7.2.1, используют для расчета массовых долей сорбиновой и бензойной кислот по разделу 8 при условии, что они не выходят за верхнюю границу диапазона градуировки хроматогра-

фа. В противном случае увеличивают степень разведения экстракта из пробы по 7.1 и проводят его повторный хроматографический анализ.

В приложении В приведены типовые хроматограммы некоторых продуктов переработки плодов и овощей.

8 Правила обработки и оформления результатов испытаний

Массовые доли сорбиновой и бензойной кислот x, млн$^{-1}$, рассчитывают по формуле

$$x = \frac{h\,K\,V_1\,V_3}{V_2\,m}, \qquad (3)$$

где h — высота пика сорбиновой или бензойной кислоты на хроматограмме экстракта из пробы, мм;

K — градуировочный коэффициент для сорбиновой или бензойной кислоты, мг/дм^3 мм;

V_1 — объем, в котором растворена аликвота экстракта из пробы перед хроматографическим анализом, см^3;

V_3 — объем, в котором растворена навеска пробы при приготовлении экстракта, см^3;

V_2 — объем аликвоты экстракта из пробы, взятый для разведения, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления проводят до третьей значащей цифры.

Расхождение между результатами двух параллельных определений (в процентах от среднего значения), выполненных в одной лаборатории, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости d, приведенного в таблице 1 при вероятности $P = 0{,}95$. При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}$, округленное до второй значащей цифры.

Расхождение между результатами двух испытаний (в процентах от среднего значения), выполненных в двух лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости D, приведенного в таблице 1 при вероятности $P = 0{,}95$.

Границы относительной погрешности определения массовой доли бензойной и сорбиновой кислот $\pm\,\delta$, в процентах от результата испытания, при соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, при вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода определения бензойной и сорбиновой кислот

Определяемое вещество	Норматив оперативного контроля сходимости d, %	Норматив оперативного контроля воспроизводимости D, %	Границы относительной погрешности $\pm\delta$, %
Бензойная кислота	6,5	11,4	8,0
Сорбиновая кислота	6,3	11,2	7,8

В протоколе испытаний результат испытания представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta,\ \text{млн}^{-1};\quad P = 0{,}95,$$

где Δ — значение абсолютной погрешности определения, рассчитанное по формуле

$$\Delta = 0{,}01\,\delta\,\overline{X}. \qquad (4)$$

9 Контроль точности результатов испытаний

9.1 Оперативный контроль сходимости результатов испытаний

Оперативный контроль сходимости результатов испытаний проводят при получении каждого результата испытания путем сравнения расхождения между результатами двух параллельных определений (в процентах от среднего значения) с нормативом оперативного контроля сходимости, приведенным в таблице 1. При превышении норматива оперативного контроля сходимости испытание повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

9.2 Оперативный контроль воспроизводимости результатов испытаний

Для контроля используют реальные пробы продукции. Масса пробы должна соответствовать удвоенному количеству, необходимому для проведения испытания. Пробу делят на две равные части, каждую из которых анализируют разные операторы в точном соответствии с описанием метода, варьируя средства измерений и реактивы.

Воспроизводимость результатов контрольных испытаний, а также воспроизводимость результатов испытаний рабочих проб, получаемых за период, в течение которого условия проведения испытаний принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольных испытаний, считают удовлетворительными, если расхождение между результатами контрольных испытаний (в процентах от среднего значения) не превышает норматива оперативного контроля воспроизводимости, приведенного в таблице 1. При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости контрольное испытание повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

9.3 Оперативный контроль погрешности результатов испытаний

Оперативный контроль погрешности результатов испытаний осуществляют методом добавок с использованием реальных проб продукции. Масса пробы должна соответствовать удвоенному количеству, необходимому для проведения испытания. Пробу делят на две равные части. В одну из них добавляют основные растворы бензойной и сорбиновой кислот, приготовленные по 6.4, в таких количествах, чтобы добавка составляла 50 %—150 % исходного содержания компонента в пробе, но не превышала верхней границы диапазона определения массовой доли компонента с учетом границ погрешности определения. Обе части пробы испытывают в точном соответствии с описанием метода.

Результаты контрольных испытаний признают удовлетворительными, если погрешность определения массовых долей сорбиновой и бензойной кислот в добавке не превышает норматива оперативного контроля погрешности, то есть выполняется условие

$$|\overline{X}_д - \overline{X} - c_д| \le K_д, \qquad (5)$$

где $\overline{X}_д$ — результат испытания пробы с добавкой, млн$^{-1}$;

$\overline{X}$ — результат испытания пробы без внесения добавки, млн$^{-1}$;

$c_д$ — величина добавки, млн$^{-1}$;

$K_д$ — норматив оперативного контроля погрешности, млн$^{-1}$. При проведении внутрилабораторного контроля ($P = 0{,}90$) значение $K_д$ рассчитывают по формуле

$$K_д = 0{,}84 \frac{\delta}{100} \sqrt{\overline{X}_д^{\,2} + \overline{X}^{\,2}}. \qquad (6)$$

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

$$K_д = \frac{\delta}{100} \sqrt{\overline{X}_д^{\,2} + \overline{X}^{\,2}}, \qquad (7)$$

где δ — границы относительной погрешности определения массовых долей сорбиновой и бензойной кислот, указанные в таблице 1.

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

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.

10.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению испытаний и обработке результатов допускается инженер-химик, техник или лаборант, имеющий высшее или специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучивший инструкцию по эксплуатации жидкостного хроматографа. Первое применение метода в лаборатории должно проводиться под руководством специалиста, владеющего теорией высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Перечень рекомендуемых сорбентов для ВЭЖХ

Inertsil ODS-2
Lichrospher RP 18
Nucleosil C 18
Spherex C 18
Ultracarb ODS
Zorbax ODS

Указанные сорбенты апробированы и обеспечивают требуемую эффективность хроматографического разделения.

Данная информация не является рекламной поддержкой Госстандартом РФ указанных изделий и в то же время не исключает возможность применения других сорбентов.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Методика расчета эффективности хроматографической колонки и степени хроматографического разделения

Степень хроматографического разделения, выражаемую коэффициентом разделения k, рассчитывают по формуле

$$k = \frac{L}{w_1 + w_2}, \qquad (Б.1)$$

где L — расстояние между вершинами пиков, используемых для расчета коэффициента разделения, мм;

w_1, w_2 — значения ширины пиков, используемых для расчета коэффициента разделения, на половине их высоты, мм.

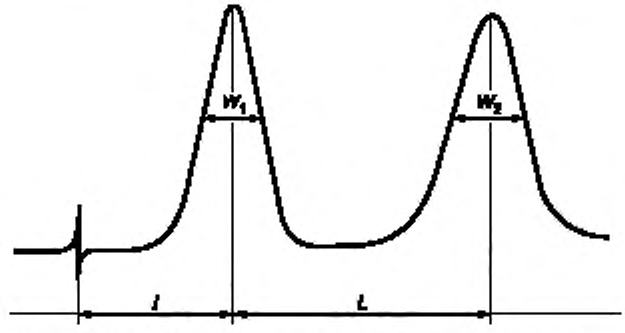


Рисунок Б.1 — Параметры, характеризующие хроматографическое разделение

Эффективность хроматографической колонки, выражаемую числом эффективных теоретических тарелок N, рассчитывают по формуле

$$N = 5{,}54 \frac{l^2}{w^2}, \qquad (Б.2)$$

где l — расстояние от пика вещества, не удерживаемого колонкой (возмущения на хроматограмме, вызванного различиями в составах подвижной фазы и растворителя пробы), до пика, используемого для расчета эффективности, мм;

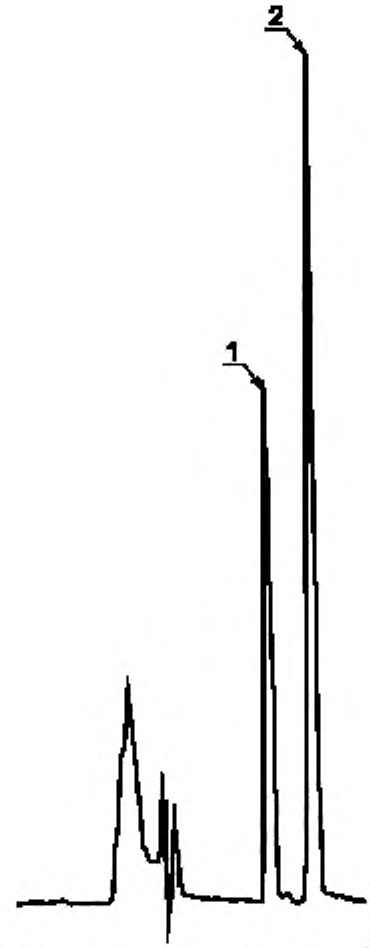
w — ширина пика, используемого для расчета эффективности, на половине высоты, мм.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Типовые хроматограммы определения сорбиновой и бензойной кислот в продуктах переработки плодов и овощей



Рисунок В.1 — Хроматограмма томатного кетчупа, не содержащего сорбиновой и бензойной кислот



1 — бензойная кислота (внесено 430 млн$^{-1}$),
2 — сорбиновая кислота (внесено 370 млн$^{-1}$)

Рисунок В.2 — Хроматограмма томатного кетчупа

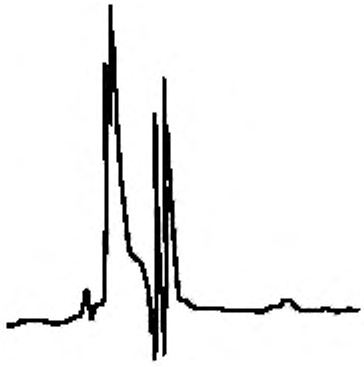
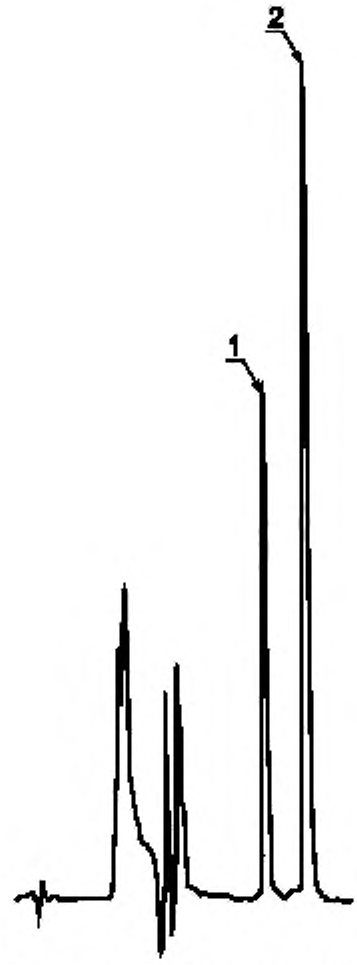


Рисунок В.3 — Хроматограмма грейпфрутового сока, не содержащего сорбиновой и бензойной кислот



1 — бензойная кислота (внесено 430 млн$^{-1}$);
2 — сорбиновая кислота (внесено 370 млн$^{-1}$)

Рисунок В.4 — Хроматограмма грейпфрутового сока

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 64-13329—81 Дозаторы пипеточные
[2] ТУ 6-09-06-1092—83 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии
[3] ТУ 6-09-5497—91 Ацетонитрил чистый для анализа
[4] ТУ 6-09-08-983—75 Калий сорбат
[5] ТУ 6-14-358—76 Кислота сорбиновая
[6] ТУ 6-09-2785—78 Натрий бензоат

УДК 664.841/.851.001.4:006.354 ОКС 67.080.01 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: продукты переработки плодов и овощей, сорбиновая и бензойная кислоты, массовые доли, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 19.06.2003. Подписано в печать 10.07.2003. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 459 экз. С 11210. Зак. 563.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru