МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33460— 2015

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение ксилита, сорбита и маннита 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 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС) при участии Общества с ограниченной ответственностью «Аналит Продактс» (ООО «Аналит Продактс»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
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 ноября 2015 г. № 1881-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33460—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 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, 2016, 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 Сущность метода 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
5 Отбор и подготовка проб 3
6 Подготовка к проведению измерений 4
7 Условия проведения измерений 4
8 Проведение измерений 5
9 Обработка и оформление результатов измерений 7
10 Метрологические характеристики 8
11 Контроль результатов измерений при реализации метода 9
12 Требования безопасности 9
Приложение А (обязательное) Проверка эффективности хроматографической колонки 10
Приложение Б (справочное) Примеры хроматограмм стандартного раствора ксилита, сорбита и маннита в соковой продукции 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение ксилита, сорбита и маннита методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Juice products. Determination of xylite, sorbite and mannitol by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары, сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы (далее — соковую продукцию), в том числе диетические и предназначенные для детского питания, и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии определения массовой концентрации ксилита, сорбита и маннита.

Диапазон измерений массовой концентрации ксилита, сорбита и маннита — от 2,6 до 100,0 г/дм^3.

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

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

ГОСТ 2222 Метанол технический. Технические условия

ГОСТ ISO 3696[1)] Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

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

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025[1)] Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

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 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

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

ГОСТ 31643—2012 Продукция соковая. Определение аскорбиновой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

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

Метод основан на хроматографическом разделении ксилита, сорбита и маннита на аминопропильной колонке в изократическом режиме с использованием в качестве подвижной фазы смеси ацетонитрила и воды, с последующим детектированием с помощью рефрактометрического детектора после очистки раствора пробы от сопутствующих примесей твердофазной экстракцией.

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

Хроматограф жидкостный высокоэффективный[2)], состоящий:

- из насоса с нижним и верхним пределами рабочего давления от 0 до 40 МПа и обеспечивающий скорость подачи подвижной фазы не менее 1,8—2 см^3/мин;
- крана петлевого дозатора с рабочим объемом петли 0,02 см^3;
- колонки хроматографической длиной 250 мм и внутренним диаметром 4,6 мм с размером частиц 5 мкм с аминопропильной неподвижной фазой[3)];

---

1) В Российской Федерации действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

2) Например, хроматограф жидкостный Shimadzu LC-20 Prominence. Данная информация не является рекламой указанного оборудования и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования хроматографов других типов.

3) Например, колонка Zorbax Carbohydrate 250 × 4,6 мм, зернение 5 мкм, производства фирмы Agilent, с соответствующей предколонкой 12,5 × 4,6 мм, 5 мкм и держателем предколонки. Данная информация не является рекламой указанного оборудования, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования хроматографических колонок иных типоразмеров при условии соблюдения требований к эффективности разделения (см. приложение А).

- детектора рефрактометрического с пределом допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала по площади или высоте пика не более 2 %;

- компьютера с установленным программным обеспечением для управления хроматографом и обработки результатов измерений.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г с поверочным интервалом весов ±0,001 г.

Микрошприцы вместимостью 100, 250 и 500 мм^3 с пределами допускаемой относительной погрешности дозирования ±2,0 %.

Цилиндры 1-20-2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1-10-2, 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-2-1-0,5, 1-2-1-1, 1-2-1-5, 1-2-1-10 по ГОСТ 29227.

Емкости для жидких проб (виалы) со вставками и завинчивающимися крышками вместимостью 2—6 см^3.

Картриджи (колонки) для твердофазной экстракции, заполненные сорбентом С18[1)].

Установка для твердофазной экстракции (манифольд вакуумный) любого типа.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема от 100 до 1000 мм^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311, снабженные сменными наконечниками.

Фильтры мембранные из нейлона с диаметром пор 0,45 мкм для фильтрования подвижной фазы и проб.

Шприц медицинский одноразовый по ГОСТ ISO 7886-1.

Установка лабораторная для вакуумной фильтрации с насосом.

Центрифуга настольная с относительным центробежным ускорением ротора не менее 1000 g, снабженная соответствующими адаптерами для пробирок.

Пробирки полимерные центрифужные с завинчивающейся крышкой вместимостью 15 см^3.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Фильтры обеззоленные.

Ацетонитрил для ВЭЖХ, с содержанием основного вещества не менее 99,9 %.

Ксилит (ксилитол), с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

D(-)-Маннит, с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Сорбит (сорбитол), с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805, х. ч.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ректификованный по ГОСТ 5962.

Метанол технический марки Б по ГОСТ 2222.

Вода по ГОСТ ISO 3696, не ниже второй степени чистоты.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также посуды, реактивов и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313. Подготовка лабораторных проб — по ГОСТ 26671.

5.2 Подготовку проб осветленной соковой продукции проводят по ГОСТ 31643—2012 (пункт 6.2.1).

Подготовку проб соковой продукции с объемной долей мякоти до 10,0 % включительно или содержащих нерастворимые в воде вещества предварительно разбавляют водой ГОСТ ISO 3696 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 водой до метки. После этого пробу гомогенизируют, тщательно перемешивая содержимое стеклянной палочкой, и центрифугируют с фактором разделения не менее 1000 g в течение 15 мин. В случае неполного осаждения нерастворимых в воде частиц пробу вновь фильтруют через обеззоленный фильтр или центрифугируют в течение 15 мин.

Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой в пять раз весовым методом и далее проводят подготовку по ГОСТ 31643—2012 (пункты 6.2.1, 6.2.2).

[1)] Например, картриджи для твердофазной экстракции Strata SDB-L фирмы Phenomenex, кат. № 8B-S014-HCH. Данная информация не является рекламой указанного оборудования и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования картриджей других типов.

5.3 Очистка проб на картридже

Раствор лабораторной пробы, полученный по 5.2, делят на две части и каждую очищают на картриджах, заполненных обращенно-фазовым сорбентом с помощью вакуумного манифольда в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Предварительно проводят активацию сорбента в картриджах. Для этого картридж промывают сначала 2 $см^3$ этанола (метанола, изопропанола), затем последовательно 4 $см^3$ воды и 5 $см^3$ пробы, подготовленной по 5.2.

Следующую порцию подготовленной по 5.2 аликвотной части пробы объемом от 2 до 3 $см^3$ пропускают через картридж со скоростью приблизительно 1 $см^3$/мин и собирают в приемник.

Полученный после очистки раствор пробы отфильтровывают через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка хроматографа к работе

Включение и подготовку прибора к работе, вывод его на режим и выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации и условиями, указанными в 6.2.

Перед проведением измерений хроматографическую систему кондиционируют подвижной фазой до установления стабильной базовой линии в условиях проведения измерений.

6.2 Условия хроматографических измерений

При проведении хроматографических измерений соблюдают следующие условия:

- температура термостата колонки, °С. . . . . (30 ± 5);
- режим элюирования . . . . . изократический;
- объем вводимой пробы, $мм^3$ 20;
- скорость подачи подвижной фазы, $см^3$/мин . . . . . 1,8—2,0 (ориентировочное значение);
- элюент . . . . . смесь ацетонитрил: вода в объемном соотношении 85:15;
- температура ячейки детектора, °С. 30;
- время измерений, мин . . . . . 25.

В зависимости от типа применяемого хроматографа и хроматографической колонки допускается изменение условий измерений, обеспечивающих требуемое разделение компонентов пробы в порядке, указанном в настоящем разделе.

6.3 Приготовление подвижной фазы для жидкостной хроматографии

Смешивают ацетонитрил и воду в объемном соотношении 85:15. Полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм и дегазируют под вакуумом в течение 15 мин.

Раствор хранят в течение 30 дней в холодильнике при температуре не выше 10 °С, при условии визуального отсутствия нерастворимых веществ. Перед использованием подвижную фазу дегазируют путем фильтрации под вакуумом или другим способом.

7 Условия проведения измерений

При подготовке к проведению измерений и проведении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С . . . . . (25 ± 5);
- атмосферное давление, кПа . . . . . (97 ± 10);
- относительная влажность, % . . . . . не более 80;
- напряжение в питающей сети, В . . . . . (220 ± 20);
- частота тока в питающей сети, Гц . . . . . (50 ± 1).

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не должно быть загрязненности воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать вибрация или другие факторы, влияющие на измерения массы и объема.

8 Проведение измерений

8.1 Приготовление градуировочных растворов

8.1.1 Приготовление основного градуировочного раствора с массовой концентрацией ксилита, сорбита и маннита 100 мг/см^3

Взвешивают по (1,000 ± 0,001) г ксилита, сорбита и маннита, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и добавляют, обмывая стенки колбы, от 2 до 5 см^3 воды по ГОСТ ISO 3696, перемешивают содержимое до полного растворения и доводят объем раствора в колбе до метки водой.

Срок хранения полученных растворов в холодильнике при температуре не выше 4 °С в герметично закрытой колбе — не более двух недель.

Фактическую концентрацию каждого компонента в основном растворе $C_{гр,исх}$, мг/см^3, вычисляют по формуле

$$C_{гр,исх} = \frac{m \cdot \omega \cdot 1000}{V \cdot 100}, \quad (1)$$

где m — масса соответствующего компонента, г;

ω — массовая доля определяемого компонента (ксилита, сорбита или маннита) (см. раздел 4), %;

1000 — коэффициент пересчета грамм через милиграммы;

V — объем мерной колбы, взятой для приготовления раствора, см^3;

100 — коэффициент пересчета процентов в долю единицы.

8.1.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов

Из основного раствора последовательным разбавлением в мерных колбах вместимостью 10 см^3 готовят градуировочные растворы по пяти уровням в порядке, указанном в таблице 1.

Таблица 1 — Приготовление рабочих градуировочных растворов для определения массовой концентрации ксилита, сорбита и маннита

№ градуировочного раствора	Компоненты	Объем мерной колбы, см^3	Способ приготовления	Массовая концентрация в полученном растворе, мг/см^3
5	Ксилит Сорбит Маннит	10	В мерную колбу помещают 5 см^3 раствора, приготовленного по 8.1.1, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают	50
4	Ксилит Сорбит Маннит	10	В мерную колбу приливают 1 см^3 раствора, приготовленного по 8.1.1, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают	10
3	Ксилит Сорбит Маннит	10	В мерную колбу приливают 1 см^3 градуировочного раствора № 5, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают	5
2	Ксилит Сорбит Маннит	10	В мерную колбу приливают 1 см^3 раствора № 4, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают	1
1	Ксилит Сорбит Маннит	100	В мерную колбу приливают 1 см^3 раствора № 3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают	0,5

Рабочие градуировочные растворы готовят непосредственно перед выполнением измерений.

8.2 Построение градуировочной зависимости

Построение и обработку градуировочной зависимости выполняют методом абсолютной градуировки с помощью программного обеспечения хроматографа.

Хроматограммы обрабатывают в соответствии с руководством пользователя программного обеспечения хроматографа. Компоненты идентифицируют по абсолютным значениям времени удерживания.

Проводят измерения всех градуировочных растворов, проводя по три параллельных измерения для каждого уровня, в порядке возрастания массовой концентрации компонентов, полностью заполняя петлю инжектора в условиях, указанных в 6.2. Регистрируют площади пиков, проверяя приемлемость выходных сигналов.

Выходные сигналы признают приемлемыми, если относительное среднеквадратичное отклонение (СКО), вычисленное с помощью программного обеспечения, при построении градуировочной характеристики не превышает 5 %. В случае превышения — измерения повторяют.

Пример хроматограммы градуировочного раствора приведен в приложении Б, рисунок Б.1.

Градуировочную характеристику устанавливают с помощью программного обеспечения хроматографа (методом наименьших квадратов), в виде линейной зависимости средней площади пиков сорбита, ксилита и маннита $\overline{S}_i$, мВ·с, и их массовой концентрации в градуировочном растворе $C_{гр.i}$, мг/см^3, следующего вида

$$\overline{S}_i = k_{гр.i} \cdot C_{гр.i}, \qquad (2)$$

где $k_{гр.i}$ — градуировочный коэффициент, вычисленный автоматически с помощью программного обеспечения хроматографа по методу наименьших квадратов, мВ·с/(мг/см^3);

$C_{гр.i}$ — массовая концентрация компонента в i-м градуировочном растворе, мг/см^3.

Градуировочную характеристику считают линейной, если коэффициент корреляции составляет не менее 0,995.

8.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом измерений.

Проводят измерения двух градуировочных растворов, приготовленных по 8.1.2, с массовой концентрацией, близкой к началу и концу диапазона измерений в тех же условиях, в которых была установлена градуировочная характеристика.

Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если для обоих растворов выполняется условие

$$\frac{\left| C_{i.изм} - C_{i.гр} \right|}{C_{i.гр}} \cdot 100 \le K_{i.гр}, \qquad (3)$$

где $C_{i\text{-изм}}$ — массовая концентрация компонента в i-м градуировочном растворе, вычисленная по градуировочной характеристике, мг/см^3;

$C_{i.гр}$ — массовая концентрация компонента в i-м градуировочном растворе (фактическое значение), мг/см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

$K_{i.гр}$ — норматив контроля, %.

Для ксилита $K_{i.гр}$ = 5 %, маннита $K_{i.гр}$ = 6 %, сорбита $K_{i.гр}$ = 5 %.

Если условие стабильности (3) не выполняется только для одного градуировочного раствора, то выполняют повторное измерение этого раствора с целью исключения результата, содержащего ошибку.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других растворов для градуировки. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики градуировку проводят заново.

8.4 Измерение раствора пробы

Проводят измерения растворов проб, очищенных по 5.3, два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

Значения площадей пиков на хроматограмме раствора пробы используют для вычисления массовых концентраций ксилита, сорбита, маннита (см. раздел 9) при условии, что они не выходят за верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики.

Регистрируют на хроматограммах пики, соответствующие временам удерживания ксилита, сорбита и маннита, найденных при измерении градуировочных растворов.

Если массовая концентрация ксилита, сорбита, маннита на хроматограммах раствора пробы выходит за верхнюю границу диапазона градуировки хроматографа, то пробу разбавляют водой так, чтобы результат измерений не превышал верхнюю границу градуировочной зависимости и проводят повторное измерение.

При разбавлении регистрируют объем аликвоты раствора пробы (V_1, см^3) и конечный объем разбавленного раствора (вместимость мерной колбы) (V_2, см^3).

Типовые хроматограммы ксилита, сорбита и маннита в соковой продукции приведены в приложении Б, рисунки Б.2—Б.3.

9 Обработка и оформление результатов измерений

9.1 В соответствии с данными, полученными при измерениях градуировочных растворов, оформляют таблицу пиков с использованием программного обеспечения хроматографа.

Обработку хроматограмм проводят с помощью программно-аппаратного комплекса сбора и обработки данных с использованием градуировочной зависимости, с учетом степени разведения раствора пробы.

9.2 Массовую концентрацию ксилита, сорбита и маннита C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_i \cdot V_2}{V_1}, \qquad (4)$$

где C_i — массовая концентрация компонента в пробе, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

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

V_1 — объем пробы, см^3.

9.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \le r_{отн}, \qquad (5)$$

где C_{i1}, C_{i2} — результаты параллельных измерений массовой концентрации ксилита, сорбита и маннита, г/дм^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости (см. таблицу 3), %.

9.4 В случае превышения предела повторяемости $r_{отн}$ получают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6—2003 (подпунктом 5.2.2.1) еще два результата параллельных измерений. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений, если относительное расхождение между ними при соблюдении условий ГОСТ ISO 5725-6—2003 (раздел 5) не превышает значения критического диапазона $CR_{0,95}$ (4), указанного в таблице 3.

9.5 Если расхождение полученных четырех результатов параллельных измерений больше $CR_{0,95}$ (4), то целесообразно приостановить измерения для выяснения причин превышения критического диапазона.

9.6 Результаты измерений в документах, предусматривающих их использование, представляют согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием метода измерений и настоящего стандарта в виде

$$\overline{C} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C} \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений ксилита, сорбита и маннита, признанных приемлемыми по условиям 9.3, 9.4, г/дм^3;

δ — границы относительной погрешности измерений (см. таблицу 2), %.

Если массовая концентрация ксилита, сорбита и маннита выходит за пределы границ диапазона измерений, проводят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация ксилита менее 2,6 г/дм^3», «Массовая концентрация сорбита менее 2,6 г/дм^3», «Массовая концентрация маннита менее 2,6 г/дм^3».

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Числовое значение окончательного результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности, содержащей не более двух значащих цифр.

10 Метрологические характеристики

При соблюдении всех условий проведения измерений метод обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Диапазоны измерения концентраций ксилита, сорбита, маннита и значения показателей точности и прецизионности метода

Наименование компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, г/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{r,отн}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_{R,отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) $\pm \delta$, %
Ксилит	От 2,6 до 100,0 включ.	3	5	14
Сорбит	От 2,6 до 100,0 включ.	3	5	14
Маннит	От 2,6 до 100,0 включ.	3	5	14
Примечание — Указанные границы погрешности измерений соответствуют расширенной неопределенности измерений при коэффициенте охвата $k = 2$.				

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости метода приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона $CR_{0,95}(4)_{отн}$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Наименование компонента	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) $r_{отн}$, %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения между четырьмя результатами параллельных измерений) $CR_{0,95}(4)_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости) $R_{отн}$, %
Ксилит	8	29	14
Сорбит	8	29	14
Маннит	8	29	14

11 Контроль результатов измерений при реализации метода

Контроль результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6. Периодичность контроля и процедуры контроля регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

Контроль результатов измерений в лаборатории при реализации метода выполняют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.3) и показателя правильности по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.4). Проверку стабильности проводят с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

12 Требования безопасности

12.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.018, электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на хроматограф.

12.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженеры-химики, лаборанты, имеющие высшее или средне-специальное образование, опыт работы с данным оборудованием и знакомые с настоящим методом.

Первое применение метода в лаборатории должно проводиться под руководством специалиста, владеющего теорией высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

Построение градуировочной характеристики, приготовление градуировочных растворов, проведение внутреннего контроля следует проводить специалисту высшей квалификации, имеющего стаж работы в данной области не менее двух лет.

Приложение А
(обязательное)

Проверка эффективности хроматографической колонки

Проверку оптимальности условий хроматографического разделения осуществляют путем хроматографического анализа градуировочного раствора № 4 по таблице 1 (см. 8.1.2).

Данный раствор готовят из основных растворов ксилита, сорбита, маннита по 8.1.2.

Эффективность хроматографического разделения признается удовлетворительной, если коэффициент разрешения пиков ксилита, сорбита, маннита составляет не менее 1,3, а число эффективных теоретических тарелок, вычисленное по пику ксилита, составляет не менее 4000. В противном случае для достижения требуемой эффективности разделения экспериментальным путем подбирают новые условия хроматографического измерения, т. е. новый состав подвижной фазы (объёмную долю ацетонитрила в ней) и скорость ее потока. При невозможности достижения требуемых условий эффективности хроматографического разделения проводят испытания других хроматографических колонок аналогичным образом.

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

Приложение Б
(справочное)

Примеры хроматограмм стандартного раствора ксилита, сорбита и маннита в соковой продукции

Б.1 Примеры хроматограмм стандартного раствора ксилита, сорбита и маннита в соковой продукции представлены на рисунках Б.1—Б.3.

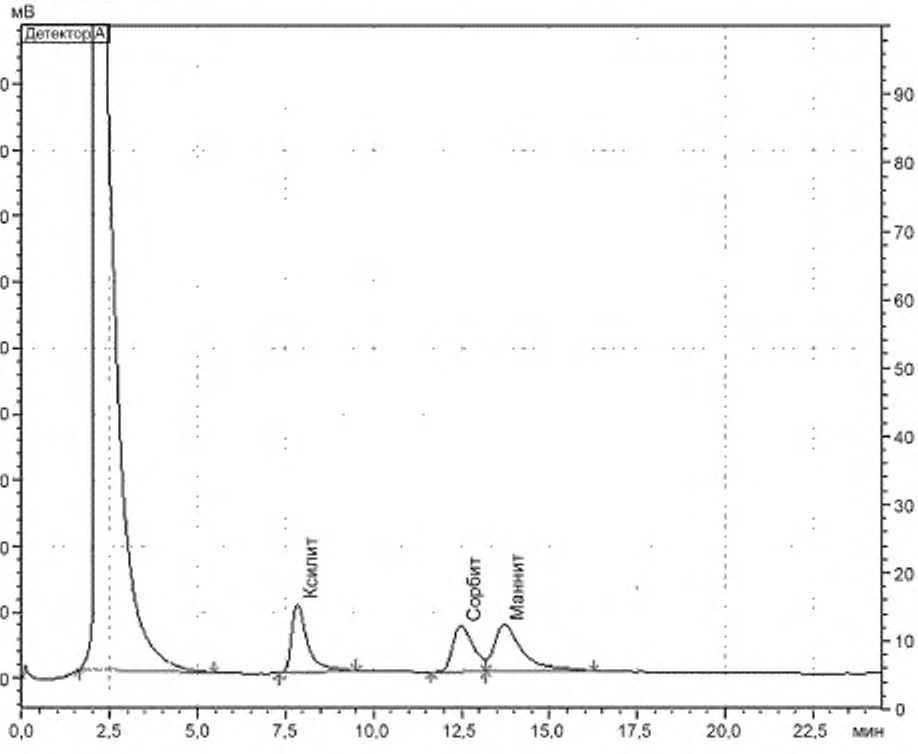

Рисунок Б.1 — Пример хроматограммы стандартного раствора ксилита, сорбита, маннита в воде с концентрациями соединений в растворе по 5 мг/см^3

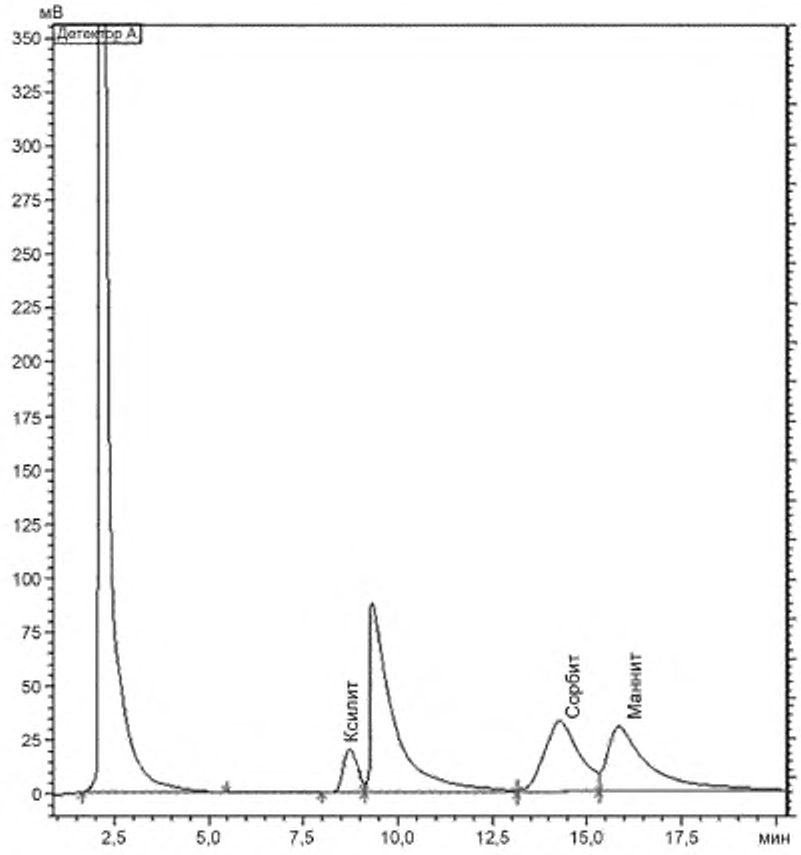

Рисунок Б.2 — Пример хроматограммы яблочного сока с добавкой стандартного раствора ксилита, сорбита, маннита с концентрациями соединений по 5 мг/см^3

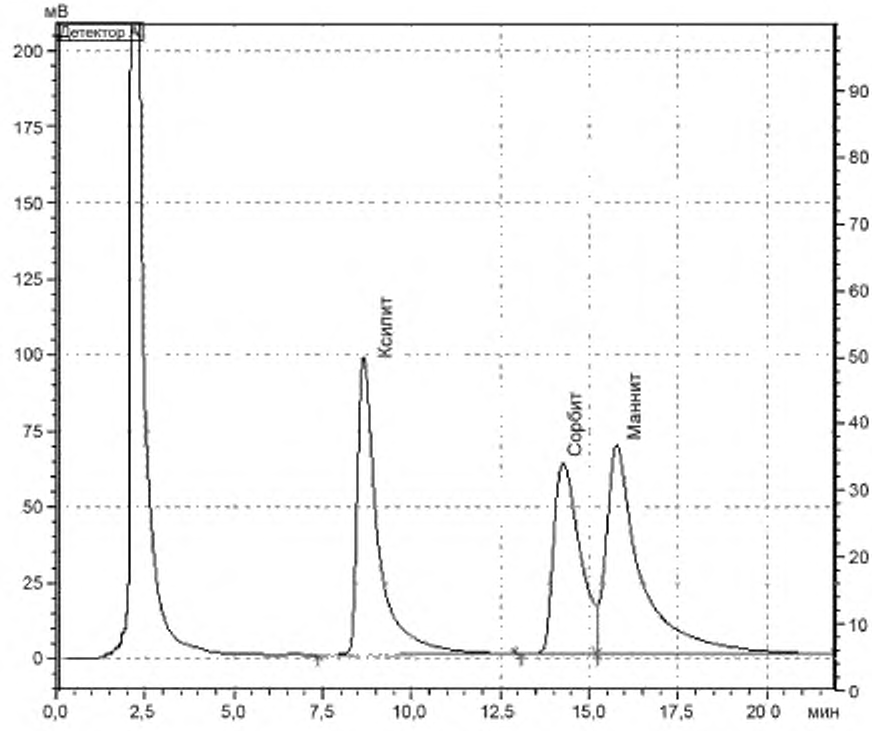

Рисунок Б.3 — Пример хроматограммы стандартного раствора ксилита, сорбита, маннита в воде с концентрациями соединений в растворе по 50 мг/см^3

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция, фруктовые и овощные соки, нектары, морсы, высокоэффективная жидкостная хроматография, градуировочные растворы, массовая концентрация, ксилит, сорбит, маннит

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,90.

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