ГОСТ Р 51880—2002
(ИСО 11292—95)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕ РАСТВОРИМЫЙ

Определение массовых долей свободных и общих углеводов. Метод высокоэффективной анионообменной хроматографии

Издание официальное

БЗ 9—2001/249

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии (НИИПП и СПТ) с участием специалистов Российского центра испытаний и сертификации РОСТЕСТ-Москва

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 152 «Пищевые концентраты, чай, кофе, натуральные ароматизаторы и красители»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 2 апреля 2002 г. № 121-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ИСО 11292—95 «Кофе растворимый. Определение содержания свободных и общих углеводов. Метод высокоэффективной анионообменной хроматографии» в части раздела 4 метод определения массовых долей свободных и общих углеводов) и таблиц В.1—В.8 приложения В, а также содержит дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

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

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.04.2002. Подписано в печать 27.05.2002. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,37. Тираж 325 экз. С 5913. Зак. 454.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определения 2
4 Метод определения массовых долей свободных и общих углеводов 2
4.1 Определение массовых долей свободных углеводов 2
4.2 Определение массовых долей общих углеводов 2
4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы и реактивы 2
4.4 Подготовка к выполнению измерения 3
4.5 Проведение измерений 3
4.6 Обработка результатов измерений. Требования к точности результатов измерений 4
4.7 Оформление результатов измерений 5
Приложение А Перечень рекомендуемого лабораторного оборудования 6
Приложение Б Коэффициент вариации сходимости и воспроизводимости для каждого углевода в зависимости от его массовой доли 6
Приложение В Результаты межлабораторных испытаний 7
Приложение Г Библиография 12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕ РАСТВОРИМЫЙ

Определение массовых долей свободных и общих углеводов. Метод высокоэффективной анионообменной хроматографии

Instant coffee. Determination of free and total carbohydrate contents. Method using high-performance anion-exchange chromatography

Дата введения 2003—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растворимый кофе и устанавливает метод определения массовых долей свободных и общих углеводов: отдельных моносахаридов, сахарозы и маннита с использованием высокоэффективной анионообменной хроматографии в диапазоне измерений их массовых долей свыше 0,3 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4.163—85 СПКП. Анализаторы газов и жидкостей хроматографические. Номенклатура показателей

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5833—75 Сахароза. Технические условия

ГОСТ 6038—79 D-глюкоза. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 15113.0—77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 15113.4—77 Концентраты пищевые. Методы определения влаги

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 26272—98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

СанПиН 2.1.4.559—96 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды центральных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества

*С июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

ИСО 3509—89* Кофе и кофепродукты. Словарь

ИСО 3726—83* Кофе растворимый. Определение потери массы при 70 °С и пониженном давлении

3 Определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями, а также термины, установленные в стандарте ИСО 3509:

3.1.1 **массовая доля свободных углеводов:** Массовая доля каждого отдельного моносахарида (арабинозы, фруктозы, галактозы, глюкозы, маннозы), а также сахарозы и маннита, определенная по 4.1.

Массовую долю свободных углеводов выражают в процентах в пересчете на сухое вещество.

3.1.2 **массовая доля общих углеводов:** Массовая доля каждого отдельного моносахарида (фруктозы, арабинозы, галактозы, глюкозы, маннозы, ксилозы), а также маннита, определенная по 4.2, включающему этап гидролиза. Массовую долю общих углеводов выражают в процентах в пересчете на сухое вещество.

4 Метод определения массовых долей свободных и общих углеводов

4.1 Определение массовых долей свободных углеводов

Метод основан на определении свободных углеводов, присутствующих в водном экстракте растворимого кофе с помощью ионной хроматографии и электрохимическом детектировании искомых соединений.

4.2 Определение массовых долей общих углеводов

Метод основан на определении общего количества углеводов, присутствующих в растворе после гидролиза водным раствором соляной кислоты с помощью ионной хроматографии и электрохимическом детектировании искомых соединений.

4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (100±5) °С.

Фильтры бумажные складчатые средней плотности из лабораторной фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026.

Сменные мембранные фильтры диаметром пор 0,2 мкм.

Жидкостный хроматограф, не содержащий металлических частей, с колонкой, заполненной анионообменным сорбентом, устойчивым к действию щелочей, с предколонкой (защитной колонкой), заполненной тем же сорбентом, устройством для послеколоночного добавления щелочи в подвижную фазу и импульсным амперометрическим детектором с золотым электродом в комплекте с устройством регистрации и обработки хроматографических данных — по ГОСТ 4.163, или по импорту (приложение А).

Концентрирующие патроны с рабочим объемом 1—2 $см^3$, заполненные обращенно-фазовым сорбентом с октадецильными группами и анионообменным сорбентом.

Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры градуированные высокие 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-1-2-5, 2-1-2-10, 2-1-2-25 по ГОСТ 29227.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. Раствор массовой долей 50 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1190 $кг/м^3$, стандартный раствор молярной концентрации 1,00 $моль/дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная (18 МОм/см).

Сахароза по ГОСТ 5833.

Глюкоза по ГОСТ 6038.

---

*Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе указанного ИСО. Официальный перевод находится во ВНИИКИ.

Углеводы: арабиноза, галактоза, фруктоза, манноза, маннит, ксилоза с содержанием основного вещества не менее 99 %, разрешенные к применению органами Госсанэпиднадзора Минздрава России.

Гелий — с содержанием основного вещества не менее 99 %, разрешенный к применению органами госсанэпиднадзора Минздрава России.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками и реактивов квалификации не ниже указанных.

Перечень рекомендуемого лабораторного оборудования приведен в приложении А.

4.4 Подготовка к выполнению измерения

4.4.1 Метод отбора проб

4.4.1.1 Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 15113.0.

Массовую долю сухих веществ определяют по ГОСТ 15113.4 и по ИСО 3726.

4.4.2 Приготовление растворов

4.4.2.1 Натрия гидроокись, водный раствор массовой долей 50 %.

Перед употреблением не допускается встряхивание и перемешивание раствора.

4.4.2.2 Соляная кислота, стандартный раствор молярной концентрации 1,00 моль/дм^3.

4.4.2.3 Элюент 1(S1) — дистиллированная или деминерализованная (18 МОм/см) вода.

Воду фильтруют через сменный мембранный фильтр отверстиями диаметром 0,2 мкм. Дегазируют продувкой гелием в течение 20—30 мин.

4.4.2.4 Элюент 2(S2) — раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 300 ммоль/дм^3.

К 985 см^3 дегазированной воды (4.4.2.3) прибавляют пипеткой 15,6 см^3 раствора гидроокиси натрия (4.4.2.1).

Примечание — Исключительно важно перед использованием удалить из элюентов растворенный диоксид углерода. Карбонаты вызывают порчу колонки, приводя к катастрофическому уменьшению ее разрешающей способности и эффективности. Срок годности раствора 24 ч.

4.4.2.5 Стандартные растворы углеводов

Готовят свежие растворы арабинозы, фруктозы, галактозы, глюкозы, ксилозы, маннозы, сахарозы и маннита.

Взвешивают (100,0±0,1) мг каждого углевода в отдельные мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дегазированной водой. Получают основные стандартные растворы массовой концентрации 1000 мг/дм^3. Рабочие стандартные растворы готовят разведением основных стандартных растворов до массовых концентраций углеводов, близких к ожидаемым массовым концентрациям их в исследуемом растворе.

Допускается приготовление смешанных стандартных растворов из основных растворов, если известно время удерживания каждого углевода в оптимальных условиях хроматографирования.

4.5 Проведение измерений

4.5.1 Подготовка пробы для измерения по 4.1.

Взвешивают (300,0±0,1) мг продукта в мерную колбу вместимостью 100 см^3. С помощью градуированного цилиндра прибавляют 70 см^3 воды, встряхивают до полного растворения продукта и доводят водой до метки. Для анализа берут 5—10 см^3 раствора, фильтруют его через концентрирующий патрон с обращенно-фазовым сорбентом. Первую порцию фильтрата (1—2 см^3) отбрасывают.

4.5.2 Подготовка пробы для измерения по 4.2.

Взвешивают (300,0±0,1) мг продукта в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Прибавляют 50 см^3 соляной кислоты (стандартный раствор молярной концентрации 1,00 моль/дм^3) и перемешивают. Помещают колбу на кипящую водяную баню на 2,5 ч.

Уровень нагреваемого раствора пробы должен быть всегда ниже уровня воды в бане. Через каждые 30 мин раствор встряхивают вручную.

Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, выдерживая колбу под струей водопроводной воды. Доводят до метки водой и фильтруют раствор через складчатый бумажный фильтр. 3 см^3 фильтрата пропускают через концентрирующий патрон, заполненный анионообменным сорбентом. Первый кубический сантиметр фильтрата отбрасывают.

4.5.3 Хроматографический анализ

Стандартные (4.4.2.5) и испытуемые (4.5.1 и 4.5.2) растворы углеводов фильтруют через мембранные фильтры диаметром пор 0,2 мкм.

Хроматографический анализ стандартных и испытуемых растворов проводят в соответствии с параметрами, приведенными в таблицах 1 и 2.

Идентификацию и оценку количества углеводов в растворе пробы проводят сравнением со временем удерживания и площадями соответствующих пиков стандартных растворов.

Чтобы учесть изменения во времени удерживания и значениях пиков, через каждые четыре анализа испытуемых растворов вводят стандартный раствор.

Таблица 1 — Условия анализа

Наименование операции, показателя, оборудования	Параметры
Объем анализируемого раствора, вводимый (инжектируемый) в хроматограф, мкл	20
Скорость протока подвижной фазы, $см^3$/мин	1,0
Скорость послеколоночного добавления элюента S2, $см^3$/мин	0,6
Температура, °С	18—25
Детектор	Кювету сравнения заполняют элюентом 2 (S2) по 4.4.2.4 Устанавливают оптимальные условия, рекомендованные изготовителем

Таблица 2 — Режим элюирования и регенерации колонки

Элюент	Время, мин	Элюент 1 (S1), $см^3$	Элюент 2 (S2), $см^3$	Последовательность операций
Изократический	0	100	0	Начало сбора данных
	50,0	100	0	Окончание сбора данных
	50,1	0	100	Начало промывки
	65,1	0	100	Окончание промывки
	65,1	100	0	Начало вывода на рабочий режим
	80,0	100	0	Окончание вывода на рабочий режим

Примечания

1 Время удерживания может меняться при переходе от одной колонки к другой. После выхода последнего моносахарида (рибозы) необходимо произвести промывку хроматографической колонки водой для удаления прочно удерживаемых соединений.

2 Для достижения удовлетворительного разделения пиков сахарозы и ксилозы может потребоваться два или три последовательных анализа стандартного раствора или увеличение времени вывода на рабочий режим.

4.6 Обработка результатов измерений. Требования к точности результатов измерений

4.6.1 Массовую долю углевода в растворимом кофе, ω, % в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле:

$$\omega = \frac{A \cdot m_0 \cdot V}{A_0 \cdot m \cdot V_0} \times 100 , \qquad (1)$$

где A — площадь пика конкретного углевода в испытуемом растворе (4.5.3);

m_0 — масса углевода в стандартном растворе (4.4.2.5),г;

V — объем испытуемого раствора (4.5.1 или 4.5.2),$см^3$;

A_0 — площадь пика конкретного углевода в стандартном растворе (4.5.3);

m — масса продукта в испытуемом растворе (4.5.1 или 4.5.2) в пересчете на сухое вещество,г;

V_0 — объем стандартного раствора с учетом разведения (4.4.2.5),$см^3$.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений с округлением до второго десятичного знака.

4.6.2 Относительное стандартное отклонение сходимости от среднего из двух параллельных определений не должно превышать 4,5 % при массовой доле углеводов более 0,3 %.

4.6.3 Относительное стандартное отклонение воспроизводимости двух независимых результатов измерений массовых долей углеводов (кроме фруктозы), выполненных в разных лабораториях, в разное время, не должно превышать 14,3 % от среднего из двух независимых результатов измерений

при массовых долях углеводов более 0,3 %. При массовых долях углеводов менее 0,3 % коэффициент вариации воспроизводимости резко возрастает.

4.6.4 Контроль сходимости осуществляется для каждой пары параллельных определений. Относительное стандартное отклонение сходимости от среднего не должно превышать значения, указанного в 4.6.2.

4.6.5 Контроль воспроизводимости осуществляется не реже одного раза в год. Относительное стандартное отклонение воспроизводимости двух независимых результатов измерений массовых долей углеводов от среднего не должно превышать значения, указанного в 4.6.3.

4.6.6 Коэффициенты вариации сходимости и воспроизводимости для каждого углевода в зависимости от его массовой доли приведены в приложении Б.

4.6.7 Результаты межлабораторных испытаний по определению массовых долей углеводов приведены в приложении В.

4.7 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом, в котором указывают:

- ссылку на метод отбора проб;
- ссылку на метод измерений;
- результат измерений для каждого углевода с указанием фактических значений показателей сходимости и воспроизводимости.

Должны быть также отражены все детали эксперимента, которые могли повлиять на результат.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Перечень рекомендуемого лабораторного оборудования

А.1 Sep-Pack C18 (Waters) и Supelclean LC-18 (Supe 1 co)

А.2 Система BioLC (Dionex), включающая четырехступенчатый градиентный насос GPM-11 (Dionex), автоматический пробоотборник (автосэмплер) SP 8875 (Spectra Physics) с петлей 20 мкл, модуль для дегазации элюента ЕДМ-11 (Dionex) и емкость для регенерирующего раствора гидроокиси натрия — NaOH (Dionex).

А.3 Аналитическая колонка — CarboroPac PA 1 (10 мкм, 250 мм × 4 мм) (Dionex).

А.4 Предколонка (защитная колонка) Carbo Pac PA (Dionex).

А.5 Импульсный амперометрический детектор, модель РАД-11 (Dionex).

А.6 Интегратор для обработки хроматографических данных, модель Autolon A 1-450 (Dionex).

А.7 Концентрирующие патроны ОП-Guard-AG (Dionex).

Примечание — Информация дана для сведения пользователей и не означает, что это оборудование установлено настоящим стандартом и является обязательным к применению.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Коэффициент вариации сходимости и воспроизводимости для каждого углевода в зависимости от его массовой доли

Таблица Б.1

Углевод	Среднее значение массовых долей углеводов в испытуемых образцах (на сухое вещество), %	Диапазон коэффициента вариации сходимости, %	Диапазон коэффициента вариации воспроизводимости, %
Свободный маннит	0,02—1,6	0,9—8,2	59,5—9,9
Свободная арабиноза	0,46—1,3	1,6—7,3	13,8—5,1
Общая арабиноза	3,5—4,8	6,6—3,0	21,1—4,9
Свободная галактоза	0,19—0,56	9,8—3,0	13,0—4,1
Общая галактоза	8,1—18,5	8,1—1,7	7,5—12,9
Свободная глюкоза	0,04—2,0	10,2—2,5	23,8—6,1
Общая глюкоза	0,68—16,6	8,7—3,8	12,5—24,3
Свободная манноза	0,16—1,0	8,2—3,8	40,0—16,9
Общая манноза	2,6—19,1	2,0—5,8	10,6—21,7
Общая ксилоза	0,1—1,9	22,9—3,7	37,7—20,2
Свободная фруктоза	0,05—3,6	21,0—0,2	45,2—15,5
Сахароза	0,15—1,3	15,1—1,8	41,6—10,0

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Статистические результаты межлабораторных испытаний, проведенных на международном уровне в 1991 г. под эгидой ИСО/ТК 34, «Сельскохозяйственные пищевые продукты», ПК 15, «Кофе», и выполненных техническим комитетом AFCASOLE [1] с участием 11 лабораторий, каждая из которых провела два определения для каждой пробы из шести различных промышленных образцов кофе, представлены в таблицах В.1—В.8.

Таблица В.1 Определение массовой доли маннита в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	7	11	10	11	10	10	11	11	9	11	8	10
Массовая доля маннита	Свободного	Общего	Свободного	Общего	Свободного	Общего	Свободного	Общего	Свободного	Общего	Свободного	Общего
Среднее значение массовой доли, %	0,024	0,179	0,060	0,151	1,582	1,854	0,619	0,782	0,192	0,300	0,059	0,179
Стандартное отклонение сходимости S_r	0,000	0,013	0,001	0,011	0,044	0,041	0,022	0,036	0,016	0,032	0,004	0,018
Сходимость, 2.83 S_r	0,001	0,035	0,002	0,032	0,124	0,115	0,063	0,102	0,045	0,091	0,012	0,050
Коэффициент вариации сходимости, %	1,547	6,986	0,914	7,609	2,777	2,198	3,594	4,594	8,245	10,776	7,071	9,801
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,015	0,075	0,034	0,069	0,157	0,331	0,150	0,161	0,065	0,112	0,029	0,090
Воспроизводимость, 2.83 S_R	0,041	0,213	0,098	0,196	0,444	0,938	0,424	0,454	0,183	0,316	0,083	0,254
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	59,454	41,996	57,581	45,961	9,925	17,866	24,162	20,535	33,789	37,260	49,132	50,084

Таблица В.2 Определение массовой доли арабинозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	11	9	11	11	11	11	11	10	9	11	11
Массовая доля арабинозы	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей
Среднее значение массовой доли, %	0,891	3,544	1,325	4,833	0,464	4,759	0,747	4,539	0,505	4,081	0,629	3,786
Стандартное отклонение сходимости S_r	0,033	0,234	0,021	0,160	0,017	0,147	0,054	0,209	0,022	0,122	0,026	0,216
Сходимость, 2.83 S_r	0,092	0,662	0,060	0,453	0,049	0,417	0,154	0,590	0,063	0,344	0,073	0,612
Коэффициент вариации сходимости, %	3,664	6,597	1,603	3,311	3,755	3,098	7,297	4,594	4,419	2,979	4,092	5,709
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,123	0,749	0,068	0,836	0,049	0,598	0,087	0,831	0,039	0,199	0,056	0,771
Воспроизводимость, 2.83 S_R	0,349	2,120	0,191	2,365	0,139	1,691	0,247	2,353	0,110	0,562	0,158	2,182
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	13,832	21,141	5,105	17,289	10,556	12,559	11,707	18,319	7,729	4,868	8,895	20,366

Таблица В.3 Определение массовой доли галактозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	10	11	10	11	11	11	11	9	9	11	10
Массовая доля галактозы	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей
Среднее значение массовой доли, %	0,562	17,779	0,339	18,481	0,191	8,085	0,438	16,269	0,475	18,444	0,362	17,687
Стандартное отклонение сходимости S_r	0,017	1,441	0,014	0,430	0,019	0,219	0,026	0,632	0,015	0,306	0,018	0,760
Сходимость, 2.83 S_r	0,047	4,078	0,039	1,216	0,053	0,619	0,074	1,789	0,041	0,867	0,051	2,152

Окончание таблицы В.3

Проба	1		2		3		4		5		6	
Коэффициент вариации сходимости, %	2,964	8,105	4,070	2,325	9,810	2,704	5,948	3,886	3,085	1,661	5,006	4,300
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,030	1,582	0,027	2,181	0,025	0,647	0,036	2,097	0,019	1,377	0,045	1,503
Воспроизводимость, 2.83 S_R	0,084	4,478	0,077	6,171	0,070	1,831	0,103	5,935	0,055	3,898	0,127	4,255
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	5,261	8,900	8,045	11,800	13,032	8,003	8,317	12,891	4,075	7,468	12,417	8,500

Таблица В.4 Определение массовой доли глюкозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	11	9	10	10	11	10	11	10	11	11	11
Массовая доля глюкозы	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей
Среднее значение массовой доли, %	0,105	0,684	0,042	0,826	2,041	16,649	1,657	4,385	0,186	1,951	0,186	1,025
Стандартное отклонение сходимости S_r	0,010	0,059	0,004	0,062	0,050	0,990	0,068	0,166	0,019	0,111	0,018	0,081
Сходимость, 2.83 S_r	0,029	0,168	0,012	0,174	0,143	2,803	0,192	0,469	0,053	0,313	0,052	0,230
Коэффициент вариации сходимости, %	9,911	8,661	10,151	7,449	2,470	5,949	4,092	3,780	10,006	5,674	9,853	7,937
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,022	0,114	0,009	0,178	0,128	4,053	0,101	1,038	0,040	0,245	0,044	0,140
Воспроизводимость, 2.83 S_R	0,062	0,323	0,024	0,504	0,361	11,471	0,286	2,938	0,113	0,693	0,125	0,397
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	21,057	16,667	20,419	21,551	6,249	24,345	6,091	23,672	21,370	12,541	22,808	13,702

Таблица В.5 Определение массовой доли маннозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	10	10	11	11	11	11	11	10	11	11	10
Массовая доля маннозы	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей
Среднее значение массовой доли, %	0,583	17,913	0,155	14,365	0,470	2,601	0,329	5,598	0,277	7,653	0,991	19,067
Стандартное отклонение сходимости S_r	0,028	1,038	0,013	0,380	0,020	0,052	0,023	0,171	0,012	0,212	0,038	0,426
Сходимость, 2.83 S_r	0,080	2,938	0,036	1,075	0,056	0,147	0,065	0,483	0,033	0,600	0,107	1,206
Коэффициент вариации сходимости, %	4,875	5,796	8,155	2,645	4,176	2,003	6,960	3,047	4,166	2,772	3,801	2,234
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,142	2,029	0,056	2,180	0,082	0,352	0,061	0,859	0,111	0,808	0,168	4,137
Воспроизводимость, 2.83 S_R	0,402	5,741	0,158	6,168	0,233	0,997	0,174	2,431	0,313	2,288	0,474	11,708
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	24,373	11,324	36,065	15,173	17,514	13,546	18,647	15,346	39,969	10,563	16,918	21,698

Таблица В.6 Определение массовой доли фруктозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	9	6	8	—	9	9	10	7	10	7	8	6
Массовая доля фруктозы	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей
Среднее значение массовой доли, %	0,171	0,189	0,054	—	3,622	2,010	3,124	1,368	0,282	0,244	0,460	0,363
Стандартное отклонение сходимости S_r	0,029	0,046	0,011	—	0,105	0,114	0,091	0,076	0,026	0,049	0,024	0,027
Сходимость, 2.83 S_r	0,082	0,130	0,032	—	0,297	0,323	0,258	0,214	0,072	0,140	0,067	0,075

Окончание таблицы В.6

Проба	1		2		3		4		5		6	
Коэффициент вариации сходимости, %	16,882	24,416	21,035	—	2,900	5,683	0,219	5,527	9,045	20,261	5,167	7,310
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,054	0,129	0,018	—	0,667	1,440	0,569	0,958	0,128	0,144	0,072	0,247
Воспроизводимость, 2.83 S_R	0,152	0,366	0,052	—	1,886	4,076	1,611	2,713	0,361	0,406	0,203	0,700
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	31,370	68,482	33,846	—	18,403	71,660	18,217	70,068	45,292	58,874	15,549	68,236

Таблица В.7 Определение массовой доли ксилозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1		2		3		4		5		6	
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	—	8	—	9	—	11	—	11	7	11	—	9
Массовая доля ксилозы	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей	Свободной	Общей
Среднее значение массовой доли, %	—	0,097	—	0,146	—	1,856	—	0,736	0,029	1,826	—	0,133
Стандартное отклонение сходимости S_r	—	0,022	—	0,014	—	0,085	—	0,027	0,007	0,134	—	0,019
Сходимость, 2.83 S_r	—	0,063	—	0,040	—	0,239	—	0,077	0,020	0,380	—	0,053
Коэффициент вариации сходимости, %	—	22,929	—	9,750	—	4,555	—	3,717	24,731	7,356	—	14,175
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	—	0,037	—	0,030	—	0,424	—	0,204	0,008	0,410	—	0,032
Воспроизводимость, 2.83 S_R	—	0,103	—	0,084	—	1,200	—	0,578	0,023	1,161	—	0,090
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	—	37,730	—	20,226	—	22,844	—	27,759	28,215	22,468	—	24,006

Таблица В.8 Определение массовой доли сахарозы в промышленных образцах растворимого кофе

Проба	1	2	3	4	5	6
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	—	10	10	10	11	9
Среднее значение массовой доли сахарозы, %	—	0,149	1,319	0,746	0,181	0,158
Стандартное отклонение сходимости S_r	—	0,007	0,023	0,051	0,027	0,005
Сходимость, 2.83 S_r	—	0,020	0,066	0,144	0,077	0,015
Коэффициент вариации сходимости, %	—	4,813	1,773	6,807	15,081	3,369
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	—	0,057	0,132	0,087	0,075	0,052
Воспроизводимость, 2.83 S_R	—	0,162	0,372	0,246	0,213	0,147
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	—	38,395	9,972	11,632	41,584	33,074

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

Библиография

[1] AFCASOLE — Отчет, июль 1995 г.

УДК 663.938.8:006.354 ОКС 67.140.10 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: кофе натуральный растворимый, метод высокоэффективной анионообменной хроматографии, свободные и общие углеводы, маннит, арабиноза, галактоза, глюкоза, манноза, ксилоза, фруктоза, сахароза, сходимость, воспроизводимость

gost.e-ecolog.ru