МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33410— 2015

ПРОДУКЦИЯ БЕЗАЛКОГОЛЬНАЯ, СЛАБОАЛКОГОЛЬНАЯ, ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ И СОКОВАЯ

Определение содержания органических кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2016 г. № 923-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33410—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ.МН 2990—2008 «Определение содержания органических кислот в винах, виноматериалах, безалкогольных напитках, соках, продуктах переработки плодов и овощей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии», аттестованной БелГИМ. Свидетельство об аттестации № 48/2008 от 02.02.2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ БЕЗАЛКОГОЛЬНАЯ, СЛАБОАЛКОГОЛЬНАЯ, ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ И СОКОВАЯ

Определение содержания органических кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Non-alcoholic, low-alcoholic, wine and juice products.
Determination of organic acids content by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на напитки безалкогольные, слабоалкогольные, винодельческую продукцию, соки, нектары, сокосодержащие напитки, продукты переработки фруктов, ягод и овощей, и устанавливает метод определения массовой концентрации щавелевой, винной, яблочной, шикимовой, аскорбиновой, молочной, уксусной, малеиновой, лимонной, янтарной, фумаровой кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее — ВЭЖХ) с применением диодно-матричного или спектрофотометрического детектора.

Диапазоны измерений для каждой кислоты приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование кислот	Диапазон измерения, мг/дм^3 (мг/кг)
Винная, яблочная	10—10000
Щавелевая	10—1500
Молочная	60—5000
Уксусная, янтарная	50—2000
Лимонная	20—10000
Шикимовая	2,5—100,0
Фумаровая, малеиновая	0,2—10,0
Аскорбиновая	10—1000

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 12.2.003—91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **предел измерения *(LOQ)***: Наименьшее значение массовой концентрации определяемой кислоты, которое может быть измерено с установленной точностью в соответствии с настоящим стандартом.

3.2 **диапазон измерений:** Область значений массовой концентрации кислоты в пробе, определяемая по настоящему стандарту с установленной точностью.

4 Сущность метода

Метод основан на применении обращено-фазной ВЭЖХ для разделения смеси органических кислот на колонке в режиме изократического элюирования. Идентификацию и количественное определение кислот осуществляют с помощью диодно-матричного или спектрофотометрического детектора в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 220 нм.

5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

5.1 Требования безопасности

При проведении работ персонал должен знать и строго соблюдать на рабочем месте требования:

- электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и 12.2.003;
- пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе с химическими реагентами — по ГОСТ 12.1.007;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории;
- техники безопасности, изложенные в эксплуатационных документах на средства измерений и оборудование, применяемые при проведении измерений.

5.2 Требования к квалификации операторов

К проведению измерений и обработке результатов хроматографического анализа могут быть допущены лица, имеющие специальное образование, опыт работы в области жидкостной хроматографии, изучившие руководство по эксплуатации жидкостного хроматографа, инструкцию по использованию системы обработки хроматографических данных и настоящий стандарт. Первое применение метода высокоэффективной жидкостной хроматографии в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

6 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... 18 °С — 23 °С;
- относительная влажность воздуха ..... 25 % — 75 %;
- приготовление градуировочных растворов и растворов проб проводят при температуре ..... (20 ± 2) °С.

Помещения для проведения измерений должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией и подводкой воды.

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

Хроматограф высокоэффективный жидкостной включающий:
- насос с вакуумным дегазатором;
- термостат колонок;
- детектор диодно-матричный или спектрофотометрический (диапазон длин волн от 190 нм);
- автосамплер;
- система управления и обработки данных;
- колонка аналитическая хроматографическая*.

Весы лабораторные с диапазоном взвешивания 0,01–220 г, погрешностью 0,0002 г.

Весы лабораторные с диапазоном взвешивания 0,5–510 г, погрешностью взвешивания 0,01 мг.

Колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–250–2, 2–500–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Колба коническая КН-1–250–29/32 по ГОСТ 25336.

Пипетка с одной меткой 2–2–5 по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 1–2–1–1, 1–2–1–5 по ГОСТ 29227.

Стакан В-1–1000 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–1000–1 по ГОСТ 1770.

Баня ультразвуковая с частотой ультразвука 35 kHz.

Виалы для автосамплера вместимостью 2 $см^3$.

Термостат водяной с точностью поддержания температуры ±0,1 °С, в диапазоне температур от 10 °С до 40 °С.

Гомогенизатор для работы с объемом до 200 $см^3$ или бытовой измельчитель.

Картриджи для твердофазной экстракции вместимостью 3 $см^3$ с привитой фазой С18 или С18–CN.

Шейкер лабораторный с орбитальным или горизонтальным движением и регулируемой скоростью до 500 оборотов в минуту.

Устройство для твердофазной экстракции.

Устройство для фильтрования элюентов.

Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы d = 25 мм, $d_{пор}$ = 0,25 мкм.

Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы d = 47 мм, $d_{пор}$ = 0,45 мкм.

Кислота фумаровая, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Центрифуга, обеспечивающая скорость вращения 8000 оборотов в минуту с объемом стаканов для центрифугирования не менее V = 30 $см^3$.

Шприцы инъекционные однократного применения вместимостью 2; 10 $см^3$.

pH-метр с диапазоном измерений от 0 до 14 ед. pH и погрешностью 0,01 ед. pH в комплекте с электродами.

Кислота аскорбиновая, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кислота винная, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий однозамещенный фосфорнокислый, содержание основного вещества не менее 99,7 %.

Кислота метафосфорная по ГОСТ 841, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х. ч.

Кислота лимонная, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кислота малеиновая, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кислота молочная, массовая доля основного вещества не менее 88,0 %.

Спирт этиловый из пищевого сырья высшей степени очистки.

Кислота уксусная, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кислота шикимовая, массовая доля основного вещества не менее 98,0 %.

Кислота щавелевая, массовая доля основного вещества не менее 96,0 %.

Кислота яблочная, массовая доля основного вещества не менее 98,0 %.

Кислота янтарная, массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

---

* Примером подходящего продукта является хроматографическая колонка LichroCART 250-4 Superspher 100 RP-18. Данная информация приведена для удобства и не означает признания названного продукта пользователями настоящего стандарта.

Примечание — Погрешность массовой доли основного вещества в органических кислотах должна быть не более 1,0 %.

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

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Отбор проб

Отбор проб продукции для определения органических кислот проводят в соответствии с действующими нормативными документами на продукцию.

Отбор проб продукции для определения содержания органических кислот должен обеспечивать однородность и репрезентативность представленной пробы, а также предусматривать отбор проб на случай разногласий в оценке качества продукции.

Проба, доставленная в лабораторию на анализ, не должна быть повреждена или изменена во время транспортирования и хранения.

8.1.1 Подготовка проб для определения органических кислот

Для выполнения анализа кислот по 8.1.1—8.1.6 готовят две параллельные пробы. Подготовку каждой параллельной пробы проводят в соответствии с рисунком А.1 (приложение А).

Примечание — Предлагаемое разбавление пробы в 2 и 50 раз выбрано на основе анализа данных по диапазону массовых концентраций органических кислот в винодельческой продукции, напитках и другой продукции. Такое разбавление позволяет измерить массовую концентрацию всех, определяемых органических кислот, присутствующих в пробе. Допускается применение других коэффициентов разбавления пробы при измерении массовой концентрации кислот, выходящих за границы диапазона измерений.

8.1.2 Подготовка проб винодельческой продукции, безалкогольных и слабоалкогольных напитков, сока, нектара и сокосодержащих напитков осветленных

Каждую параллельную пробу перед измерением разбавляют в 2 и 50 раз для выполнения измерений массовых концентраций кислот в диапазоне градуировочного графика.

От каждой параллельной пробы пипеткой отбирают 1 и 25 $см^3$, переносят в две мерные колбы вместимостью 50 $см^3$. Каждую колбу доводят до метки элюирующим раствором, приготовленным по 8.2 при температуре (20 ± 2) °С и хорошо перемешивают. Аликвоту объемом 5 $см^3$ из каждой колбы подготавливают далее в соответствии с требованиями 8.1.6.1.

8.1.3 Подготовка проб сока, нектара и сокосодержащих напитков неосветленных

Каждую параллельную пробу перед измерением разбавляют в 2 и 50 раз для выполнения измерения массовых концентраций кислот в диапазоне градуировочного графика.

От каждой параллельной пробы пипеткой отбирают 1 и 25 $см^3$, переносят в отдельные мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки элюирующим раствором, приготовленным по 8.2 при температуре (20 ± 2) °С и хорошо перемешивают. Содержимое мерной колбы переносят в коническую колбу, которую помещают в ультразвуковую баню на 15 мин или встряхивают в течение 25—30 мин на лабораторном шейкере.

25—30 $см^3$ раствора из конических колб помещают в центрифужные стаканы и центрифугируют в течение 5 мин при 7000 об/мин. Супернатант объемом 5 $см^3$ подготавливают далее в соответствии с требованиями 8.1.6.1.

8.1.4 Подготовка проб пюреобразных продуктов (продуктов переработки фруктов, ягод и овощей, находящихся или переведенных в пюреобразное состояние) проб сока, нектара и сокосодержащего напитка с мякотью

Фрукты, овощи предварительно измельчают до пюреобразного состояния с помощью гомогенизатора или бытового измельчителя, кухонного комбайна. Далее пробоподготовку проводят также как и для пюреобразных продуктов.

Каждую параллельную пробу перед измерением разбавляют в 2 и 50 раз для выполнения измерения массовых концентраций кислот в диапазоне градуировочного графика.

Навеску пробы массой 1 г взятую с точностью до 0,01 г и навеску 25 г взятую с точностью до 0,1 г вносят в две отдельные мерные колбы вместимостью 50 $см^3$. Каждую колбу доводят до метки элюирующим раствором, приготовленным по 8.2 и перемешивают при температуре (20 ± 2) °С.

Содержимое мерной колбы переносят в коническую колбу, которую помещают в ультразвуковую баню на 15 мин или встряхивают в течение 25—30 мин на лабораторном шейкере.

25—30 $см^3$ раствора из конических колб помещают в центрифужные стаканы и центрифугируют в течение 5 мин при 7000 об/мин. Супернатант объемом 5 $см^3$ подготавливают далее в соответствии с требованиями 8.1.6.1.

8.1.5 Подготовка проб для определения аскорбиновой кислоты и других органических кислот

При необходимости определения содержания аскорбиновой и других органических кислот в соках, напитках, продуктах переработки фруктов, ягод и овощей в качестве экстрагирующего раствора применяют 3 %-ный раствор метафосфорной кислоты, приготовленный по 8.3 для предотвращения разложения аскорбиновой кислоты во время подготовки проб и проведения анализа.

Все этапы подготовки проб по определению содержания аскорбиновой и других органических кислот, аналогичны 8.1.1–8.1.4 и проводятся в соответствии с рисунком А.2 (приложение А).

8.1.6 Подготовка к работе картриджа для твердофазной экстракции (ТФЭ)

Картридж устанавливают в устройство для ТФЭ и промывают последовательно 3 $см^3$ этилового спирта и 4 $см^3$ дистиллированной воды, не допуская осушения его рабочей поверхности.

8.1.6.1 Экстракция кислот из пробы с применением картриджа

Из пробы, подготовленной по 8.1.1–8.1.5, отбирают аликвоту или супернатант объемом 5 $см^3$ и пропускают через активированный картридж для ТФЭ при скорости фильтрования одна–две капли в секунду. Первую порцию фильтрата объемом 2 $см^3$ отбрасывают. Последующую порцию фильтрата объемом около 3 $см^3$ собирают и фильтруют в виалу для автосамплера через фильтр из регенерированной целлюлозы с диаметром пор 0,25 мкм. Подготовленная для измерения проба должна быть прозрачной.

8.2 Приготовление элюирующего раствора однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4) молярной концентрации 0,02 моль/$дм^3$

Навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 2,72 г, взятую с точностью 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, заполненную 850–900 $см^3$ дистиллированной водой, хорошо перемешивают. Значение pH приготовленного элюирующего раствора должно находиться в диапазоне 2,0–2,1 ед. pH. Значение pH регулируют с помощью 50 %-ного раствора ортофосфорной кислоты. Раствор доводят до метки дистиллированной водой при температуре (20 ± 2) °С. Перед применением элюирующий раствор фильтруют через фильтр из регенерированной целлюлозы с диаметром 47 мм, диаметром пор 0,45 мкм.

8.3 Приготовление экстрагирующего 3 %-ного раствора метафосфорной кислоты

3 %-ный раствор метафосфорной кислоты применяют в качестве экстрагирующего раствора для проб, где необходимо определить содержание аскорбиновой и других органических кислот. Данный раствор готовят в день проведения анализа и применяют для предотвращения разложения аскорбиновой кислоты во время подготовки проб и проведения анализа.

Навеску метафосфорной кислоты массой 30,0 г, взятую с точностью до 0,1 г, переносят в стакан вместимостью 1000 $см^3$ и добавляют 970 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 1000 $см^3$ при температуре (20 ± 2) °С. Раствор хорошо перемешивают до полного растворения кислоты.

8.4 Приготовление градуировочных растворов

8.4.1 Приготовление основного градуировочного раствора фумаровой и малеиновой кислот

Навески фумаровой и малеиновой кислот, взятые в соответствии с таблицей 2 с точностью до 0,001 г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 450—460 $см^3$ элюирующего раствора, приготовленного по 8.2, хорошо перемешивают до полного растворения и доводят до метки элюирующим раствором, приготовленным по 8.2 при температуре (20 ± 2) °С.

Таблица 2

Наименование кислот	Навеска, г	Вместимость колбы, $см^3$	Массовая концентрация кислот, мг/$дм^3$
Фумаровая	0,125	500	250
Малеиновая			

8.4.2 Приготовление основного градуировочного раствора аскорбиновой кислоты

Навеску аскорбиновой кислоты массой 0,125 г, взятую с точностью до 0,001 г взвешивают в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Добавляют 50–60 см^3 3 %-ного раствора метафосфорной кислоты, приготовленного по 8.3. Хорошо перемешивают до полного растворения и доводят до метки 3 %-ным раствором метафосфорной кислоты, приготовленным по 8.3 при температуре (20 ± 2) °С.

Примечание — Раствор аскорбиновой кислоты готовят в день проведения анализа.

8.4.3 Приготовление основного градуировочного раствора смеси кислот

Навески индивидуальных органических кислот (примерные массы навесок приведены в таблице 3) взвешивают с точностью до 0,001 г в мерной колбе вместимостью 250 см^3, предварительно заполненной 40–50 см^3 элюирующего раствора, приготовленного по 8.2. Добавляют 150 см^3 элюирующего раствора, приготовленного по 8.2. Раствор хорошо перемешивают до полного растворения кислот. Затем в колбу добавляют 25 см^3 основного градуировочного раствора фумаровой и малеиновой кислот, приготовленного по 8.4.1 и доводят до метки элюирующим раствором, приготовленным по 8.2 при температуре (20 ± 2) °С.

Точную массовую концентрацию каждой кислоты в основном градуировочном растворе вычисляют с учетом массовой доли основного вещества по формуле

$$C_{A_i} = \frac{m_i \cdot P_i}{V_A} \cdot 10^4 \quad , \qquad (1)$$

где C_{A_i} — массовая концентрация *i*-ой кислоты в растворе, мг/дм^3;
m_i — масса навески *i*-ой кислоты, г;
P_i — массовая доля основного вещества *i*-ой кислоты, %;
V_A — вместимость мерной колбы, см^3;
10^4 — коэффициент пересчета из г/100 см^3 на мг/дм^3.

Таблица 3

Наименование кислот	Навеска, г	Вместимость колбы, см^3	Массовая концентрация кислот, мг/дм^3
Винная, яблочная	0,250	250	1000
Щавелевая	0,312		1250
Молочная	1,875*		7500
Уксусная, янтарная	1,250		5000
Лимонная	0,625		2500
Шикимовая	0,125		500
Фумаровая, малеиновая	25,0 см^3 раствора по 8.4.1		25
*В пересчете на 100 %-ное содержание.			

Основной градуировочный раствор смеси кислот (см. 8.4.3) и основной градуировочный раствор фумаровой и малеиновой кислот (см. 8.4.1) хранят при температуре от 3 °С до 8 °С в течение 3 мес.

8.4.4. Приготовление рабочих градуировочных растворов

Рабочие градуировочные растворы готовят путем разбавления основного градуировочного раствора смеси органических кислот по схеме, представленной в таблице 4.

Таблица 4

Наименование кислот	Концентрация в основном градуировочном растворе по 8.4.3, мг/дм^3	Массовая концентрация кислот в градуировочных растворах, мг/дм^3*											
		№ 1	№ 2**		№ 3		№ 4		№ 5		№ 6		№ 7	
		Элюирующий раствор по 8.2	Объем раствора № 7, см^3	Вместимость колбы, см^3	Объем раствора по 8.4.3, см^3	Вместимость колбы, см^3	Объем раствора по 8.4.3, см^3	Вместимость колбы, см^3	Объем раствора по 8.4.3, см^3	Вместимость колбы, см^3	Объем раствора по 8.4.3, см^3	Вместимость колбы, см^3	Объем раствора по 8.4.3, см^3	Вместимость колбы, см^3
			5	100	1	100	2,5	100	2,5	50	4	50	5	50
Винная, яблочная	1000,0	0,0	5,0		10,0		25,0		50,0		80,0		100,0	
Щавелевая	1250,0	0,0	6,2		12,0		31,25		62,5		100,0		125,0	
Молочная	7500,0	0,0	37,5		75,0		187,5		375,0		600,0		750,0	
Уксусная, янтарная	5000,0	0,0	25,0		50,0		125,0		250,0		400,0		500,0	
Лимонная	2500,0	0,0	12,5		25,0		62,5		125,0		200,0		250,0	
Шикимовая	500,00	0,0	25,0		5,00		12,50		25,00		40,00		50,00	
Фумаровая, малеиновая	25,00	0,0	0,12		0,25		0,62		1,25		2,00		2,50	
Аскорбиновая	1250,0	0,0	6,2		12,5		31,2		62,5		100,0		125,0	

*Точное значение массовой концентрации каждой кислоты в рабочих градуировочных растворах вычисляют с учетом содержания основного вещества в навеске кислоты, взятой для приготовления основного градуировочного раствора смеси кислот.

**Раствор № 2 готовят из градуировочного раствора № 7.

Для проведения градуировки используют свежеприготовленные растворы.

Для аскорбиновой кислоты готовят отдельные рабочие градуировочные растворы в день проведения измерений. Рабочие градуировочные растворы смеси кислот хранят при температуре от 3 °С до 8 °С в течение 10 сут и могут применяться для оперативного контроля стабильности градуировочной характеристики, проводимого по 9.1, 9.2.

8.5 Подготовка хроматографа к работе

Подготовку жидкостного хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией фирмы — производителя оборудования.

8.5.1 Условия хроматографического анализа

Колонка аналитическая, обращенно-фазная длина 250 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, заполненная сорбентом, с размером частиц 5 мкм.

Элюент: $КН_2РО_4$ молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, pH раствора 2,0—2,1 ед. pH.

Режим элюирования: изократический.

Температура колонки: (25,0 ± 0,1) °С.

Скорость подачи элюента: 0,4 см^3 /мин.

Детектор: спектрофотометрический или диодная матрица.

Длина волны поглащения: 220 нм.

Время анализа: 25 мин.

«Post time»: 20 мин для красных вин, винодельческой продукции.

Объем вводимой пробы: 20–50 мм^3.

Ориентировочное время удерживания органических кислот приведено в таблице 5.

Таблица 5 — Ориентировочное время удерживания органических кислот

Наименование органических кислот	Ориентировочное время удерживания, мин
Щавелевая	5,5
Винная	6,4
Яблочная	8,1
Шикимовая	8,9
Аскорбиновая	9,4
Молочная	9,6
Уксусная	10,4
Малеиновая	13,9
Лимонная	16,6
Янтарная	17,3
Фумаровая	20,3

Примечание — Точное время выхода кислот определяют по градуировочным растворам.

Типичная хроматограмма смеси кислот приведена на рисунке Б.1 (приложение Б).

8.6 Проведение градуировки

Для определения рабочего диапазона массовых концентраций и линейности функции градуировки выполняют градуировку хроматографа по семи рабочим градуировочным растворам с массовыми концентрациями, представленными в таблице 4.

Градуировку для аскорбиновой кислоты проводят отдельно от всех кислот по градуировочным растворам, приготовленным в день проведения измерений. Каждый градуировочный раствор хроматографируют не менее двух раз при условиях по 8.5.1.

Градуировочная зависимость должна иметь вид $y = bx + a$. Параметры градуировочной зависимости вычисляют путем анализа линейной регрессии скорректированных площадей пиков, учитывая нулевую точку (см. раствор № 1, таблица 4).

9 Порядок проведения измерений

9.1 Оперативный контроль стабильности градуировки

Перед началом измерений выполняют оперативный контроль стабильности градуировочного графика. Для этого анализируют любой рабочий градуировочный раствор, хроматографируя его два раза. Для аскорбиновой кислоты оперативный контроль стабильности градуировочного графика проводят отдельно от всех кислот по градуировочным растворам, приготовленным в день проведения анализа. Первое измерение выбранного градуировочного раствора проводят перед началом выполнения анализа серии проб.

Если абсолютное значение разности между измеренной массовой концентрацией каждой кислоты в выбранном градуировочном растворе и его фактической массовой концентрацией не превышает норматива стабильности градуировки

$$|C_{факт} - C_{изм}| \le K_{гр}, \quad (2)$$

где $C_{факт}$ — фактическая концентрация *i*-ой кислоты в пробе, мг/дм^3 (мг/кг);

$C_{изм}$ — измеренная концентрация *i*-ой кислоты в пробе, мг/дм^3 (мг/кг);

$K_{гр}$ — норматив стабильности градуировочной зависимости,

то градуировку считают достоверной и можно переходить к анализу серии проб по 9.3.

Если требование (2) не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора.

Норматив стабильности градуировки $K_{гр}$, мг/дм^3 (мг/кг), вычисляют по формуле

$$K_{гр} = 0{,}04\ C_{факт} + 0{,}01\ C_{макс}, \quad (3)$$

где $C_{макс}$ — максимальная массовая концентрация *i*-ой кислоты в рабочем градуировочном растворе № 7, мг/дм^3 (мг/кг) (см. таблицу 4).

После завершения анализа серии проб проводят повторный контроль стабильности градуировки путем измерения выбранного градуировочного раствора, сравнивая результат измерений с нормативом стабильности градуировки так, как это описано выше. В случае невыполнения условия (2) проводят повторное измерение выбранного градуировочного раствора. Если при этом полученное значение результата измерений повторно не удовлетворяет вышеприведенным требованиям, выявляют и устраняют причины несоответствия, а затем вновь проводят повторное измерение данной серии проб.

При проведении измерений серия состоит не более чем из 15 проб.

9.2 Проведение измерений

Проводят измерение пробы, подготовленной по 8.1.1—8.1.6 в соответствии с условиями 8.5.

Пробу хроматографируют 2 раза. Пики кислот в пробе должны быть правильно проинтегрированы, при необходимости результаты интегрирования площади пика корректируют вручную. Если измеренная массовая концентрация кислоты в анализируемом растворе превышает верхнюю границу диапазона градуировки, повторяют подготовку пробы по 8.1.1 с коэффициентом разбавления большим, чем 50.

9.3 Идентификация индивидуальных соединений

При отсутствии пика анализируемой кислоты на характеристическом времени удерживания, соответствующем времени, полученном на хроматограмме градуировочного раствора, делают вывод, что данная кислота в пробе отсутствует.

Если время удерживания определяемой кислоты на хроматограмме анализируемой пробы совпадает со временем удерживания анализируемой кислоты на хроматограмме градуировочного раствора, то считают, что данная кислота в пробе присутствует.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Вычисление массовой концентрации анализируемой кислоты в пробе

Конечный результат измерений массовой концентрации выражают в следующих единицах измерения:

- для жидких проб — мг/дм^3;
- для пюреобразных проб — мг/кг.

Массовую концентрацию i-ой кислоты C_{i1} в параллельной пробе вычисляют по формуле
- для жидких проб в мг/дм^3

$$C_{i1} = C_{xi} \cdot K, \quad (4)$$

- для пюреобразных проб в мг/кг

$$C_{i1} = C_{xi} \cdot K_1, \quad (5)$$

где C_{xi} — массовая концентрация i-ой кислоты в анализируемом растворе, вычисленная по градуировочному графику, мг/дм^3* ;

K, K_1 — коэффициенты разбавления, вычисляемые по формулам:
- для жидких проб

$$K = \frac{V_p}{V_a}, \quad (6)$$

- для пюреобразных проб

$$K_1 = \frac{V_p}{m}, \quad (7)$$

где V_p — объем разбавленного раствора пробы, см^3 (50 см^3);

V_a — объем исходной пробы, см^3 (1 см^3 или 25 см^3);

m — навеска пробы для анализа, г (1 г или 25 г).

Результаты измерений C_{xi} вычисляют в каждой параллельной пробе до второго десятичного знака.

Полученные значения массовой концентрации кислоты C_{xi} используют для расчетов при выполнении условия

$$C_{xi} \geq C_{i\ \text{град.мин}}, \quad (8)$$

где $C_{i\ \text{град.мин}}$ — нижняя граница диапазона градуировки i-ой кислоты, значения которой представлены в таблице 6.

Таблица 6 — Нижняя граница диапазона градуировки

Наименование кислот	Массовая концентрация $C_{\text{град.мин}}$, мг/дм^3
Молочная	30
Уксусная, янтарная	25
Винная, яблочная, щавелевая, аскорбиновая	5
Лимонная	10
Шикимовая	1,25
Фумаровая, малеиновая	0,1

10.2 Вычисление результата измерений

Вычисление результата измерений выполняют отдельно для каждого разбавления. Вычисляют среднеарифметическое значение $\overline{C_i}$ результатов измерений двух параллельных проб по формуле

$$\overline{C_i} = \frac{C_{i1} + C_{i2}}{2}, \quad (9)$$

где $C_{i1} + C_{i2}$ — среднеарифметические значения результатов единичных измерений массовой концентрации i-ой кислоты параллельных проб, мг/дм^3 (мг/кг).

$$C_{i1} = \frac{C_{1i}^{I} + C_{2i}^{I}}{2} \text{ и } C_{i2} = \frac{C_{2i}^{I} + C_{2i}^{II}}{2}, \quad (10)$$

где $C_{1i}^{I} + C_{2i}^{I}$ и $C_{2i}^{I} + C_{2i}^{II}$ — значения результатов единичных измерений (двух вводов пробы) массовой концентрации i-ой кислоты параллельных проб, мг/дм^3 (мг/кг).

* Согласно алгоритму выполнения измерений величина C_{xi} характеризует параллельные пробы с учетом разбавления (в 2 и 50 раз) и C_{xi} может иметь четыре значения ($C_{(2/1)i}$; $C_{(2/2)i}$; $C_{(50/1)i}$; $C_{(50/2)i}$).

Полученное согласно формуле (9) значение принимают за окончательный результат измерения массовой концентрации *i*-ой кислоты в пробе при выполнении условия повторяемости по 12.1.

Окончательный результат измерений при полученном значении массовой концентрации *i*-ой кислоты до 1000 мг/дм^3 (мг/кг) выражают в единицах размерности миллиграмм на кубический дециметр (мг/дм^3) или миллиграмм на килограмм (мг/кг) с округлением до целых чисел. При получении результата измерений более 1000 мг/дм^3 (мг/кг) окончательный результат выражают в единицах размерности грамм на кубический дециметр (г/дм^3) или грамм на килограмм (г/кг) с точностью до двух десятичных знаков.

Окончательный результат измерений массовой концентрации фумаровой, малеиновой и шикимовой кислот выражают в единицах размерности миллиграмм на кубический дециметр (мг/дм^3) или миллиграмм на килограмм (мг/кг) с точностью до одного десятичного знака.

11 Оформление результатов измерений

Если величина массовой концентрации *i*-ой кислоты $\overline{C}_i$ при разбавлении пробы в 2 раза оказывается меньше предела измерения (*LOG*), то дают одностороннюю оценку массовой концентрации органических кислот в пробе в виде

$$\overline{C}_i \le (C_{LOG}),$$

где C_{LOG} — предел измерения (см. таблицу 7).

Таблица 7 — Предел измерения

Наименование кислот	C_{LOG}, мг/дм^3 (мг/кг)
Молочная	60
Уксусная, янтарная	50
Винная, яблочная, щавелевая, аскорбиновая	10
Лимонная	20
Шикимовая	2,5
Фумаровая, малеиновая	0,2

Результат измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в следующем виде

$$(\overline{C} \pm \Delta),\ \text{мг/дм}^3\ (\text{мг/кг}),$$

где $\overline{C}$ — результат измерений, мг/дм^3 (мг/кг), г/дм^3, полученный в соответствии с настоящим стандартом и вычисленный по формуле (9);

$\pm\Delta$ — абсолютное значение показателя точности, вычисленное в соответствии с настоящим стандартом, (мг/кг), г/дм^3.

Абсолютное значение показателя точности Δ (мг/кг), г/дм^3, вычисляют, используя относительное значение показателя точности настоящего стандарта δ, %, указанное в таблице 10, по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \qquad (11)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение двух результатов единичных измерений, (мг/кг), г/дм^3.

12 Показатели точности метода

12.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости проводят для каждой кислоты.

При каждом измерении получают два параллельных результата единичных измерений анализируемой пробы в условиях повторяемости. За результат принимают среднеарифметическое значение

двух результатов единичных измерений, расхождение между которыми не превышает установленного предела повторяемости.

Проверку приемлемости проводят следующим образом.

Вычисляют расхождение между результатами единичных измерений $|C_1 — C_2|$, значение которого сравнивают со значением предела повторяемости $r_{абс}$.

$$r_{абс} = 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{C}, \quad (12)$$

где $r_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости, %, указанное в таблице 8;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений двух параллельных проб, мг/дм^3 (мг/кг).

Если для значения абсолютного расхождения между двумя результатами единичных измерений выполняется условие

$$|C_1 — C_2| \le r_{абс}, \quad (13)$$

то оба результата считают приемлемыми и в качестве результата измерений указывают среднеарифметическое значение $\overline{C_i}$, вычисленное по формуле (9).

При невыполнении условия (13) проводят повторные измерения по 9.2.

При повторном невыполнении условия (13) готовят новые градуировочные растворы по 8.4, выполняют новую градуировку по 8.6 и проводят повторное измерение в соответствии с требованиями 9.2, 9.3 и раздела 10.

Таблица 8 — Относительные значения пределов повторяемости

Наименование компонентов	Интервал значений массовой концентрации, мг/дм^3 (мг/кг)	Предел повторяемости r, % (для двух результатов единичных измерений)	
		Жидкие пробы	Пюреобразные пробы
Винная, яблочная	От 10 до 500 включ. От 500 до 10000 включ.	15,0 8,1	20,2 14,2
Щавелевая	От 10 до 250 включ. Св. 250 до 1500 включ.	15,3 8,3	20,5 12,4
Молочная	От 60 до 500 включ. От 500 до 5000 включ.	16,4 9,0	24,6 14,5
Уксусная, янтарная	От 50 до 250 включ. Св. 250 до 2000 включ.	15,2 9,4	22,5 15,1
Лимонная	От 20 до 500 включ. Св. 500 до 10000 включ.	20,0 8,6	25,4 12,8
Шикимовая	От 2,5 до 10,0 включ. Св. 10,0 до 100,0 включ.	13,3 6,9	20,5 14,6
Фумаровая, малеиновая	От 0,2 до 2,0 включ. Св. 2,0 до 10,0 включ.	13,6 9,4	20,4 14,1
Аскорбиновая	От 10 до 200 включ. От 200 до 1000 включ.	15,0 8,3	16,2 13,1

12.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят следующим образом. Каждая из двух лабораторий проводит измерения в соответствии с разделом 10.2 и получает результат измерений, обеспечивая контроль повторяемости по формуле (13).

Вычисляют среднеарифметическое значение $\overline{\overline{C}}$, мг/дм^3 (мг/кг), двух результатов измерений $\overline{C_1}$ и $\overline{C_2}$ соответственно

$$\overline{\overline{C}} = \frac{\overline{C_1} + \overline{C_2}}{2}. \quad (14)$$

Вычисляют абсолютное расхождение между результатами измерений $|\overline{C}_1 - \overline{C}_2|$, полученными в двух лабораториях, значение которого сравнивают с абсолютным значением предела повторяемости $R_{абс}$. Абсолютное значение предела повторяемости $R_{абс}$, мг/дм^3 (мг/кг), вычисляют по формуле

$$R_{абс} = 0{,}01 \cdot R_{отн} \cdot \overline{\overline{C}}, \quad (15)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$R_{отн}$ — относительное значение предела воспроизводимости, %, указанное в таблице 9;

$\overline{\overline{C}}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений двух лабораторий, мг/дм^3 (мг/кг).

Если для абсолютного расхождения между двумя средними значениями $\overline{C}_1$, $\overline{C}_2$, вычисленными (см. 10.2) на основании двух пар единичных результатов измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, соблюдается условие

$$|\overline{C}_1 - \overline{C}_2| \le R_{абс}, \quad (16)$$

то оба результата $\overline{C}_1$, $\overline{C}_2$ считают приемлемыми и общее среднее значение $\overline{\overline{C}}$, вычисленное по формуле (14), может быть использовано в качестве результата измерений.

Таблица 9 — Относительные значения пределов воспроизводимости

Наименование компонентов	Интервал значений массовой концентрации, мг/дм^3 (мг/кг),	Предел повторяемости R, % (для двух результатов единичных измерений)	
		Жидкие пробы	Пюреобразные пробы
Винная, яблочная	От 10 до 500 включ. От 500 до 10000 включ.	35,0 18,1	42,2 25,2
Щавелевая	От 10 до 250 включ. Св. 250 до 1500 включ.	35,3 18,3	42,5 25,4
Молочная	От 60 до 500 включ. От 500 до 5000 включ.	36,4 19,0	41,6 24,5
Уксусная, янтарная	От 50 до 250 включ. Св. 250 до 2000 включ.	35,2 18,4	42,5 32,1
Лимонная	От 20 до 500 включ. Св. 500 до 10000 включ.	42,0 18,6	45,4 24,8
Шикимовая	От 2,5 до 10,0 включ. Св. 10,0 до 100,0 включ.	27,3 15,9	43,5 25,6
Фумаровая, малеиновая	От 0,2 до 2,0 включ. Св. 2,0 до 10,0 включ.	26,6 19,4	40,8 29,1
Аскорбиновая	От 10 до 200 включ. От 200 до 1000 включ.	31,0 18,3	33,2 28,1

13 Контроль правильности результатов измерений

Контроль правильности определения массовой концентрации органической кислоты проводят путем анализа проб для контроля (ОК) с заранее известным значением массовой концентрации органической кислоты (референсный стандартный образец, референсный материал, рабочая проба с добавкой).

Контроль процедуры измерений выполняют с периодичностью, установленной системой менеджмента качества в лаборатории, но обязательно:

- при внедрении настоящего стандарта;
- при появлении факторов, влияющих на стабильность процесса по результатам анализа контрольных карт;
- при значимых изменениях в условиях измерений (другая партия реагентов, новые средства измерений, ремонт оборудования и т. д.);
- при любых выявленных несоответствиях в работе лаборатории, применительно к настоящему стандарту.

13.1 Требование к ОК, представляющие собой рабочие пробы с добавкой

ОК представляют собой специально приготовленную пробу, в которой значение массовой концентрации органических кислот $C_{ат}$ вычислено по процедуре приготовления. ОК с добавкой хранят при температуре от 5 °С до 10 °С и выбирают таким образом, чтобы с течением времени при хранении в данных условиях он оставался стабильным по массовой концентрации органических кислот. Таким ОК является проба анализируемого материала с известной добавкой.

Для проведения контрольной процедуры рабочую пробу делят на две части. Одну часть оставляют без изменений, во вторую делают добавку одного или нескольких компонентов. Величину добавки выбирают в зависимости от массовой концентрации компонента в пробе без добавки, установленной по результатам предварительного анализа пробы, в размере от 50 % до 150 %. При этом содержание компонента в пробе с добавкой не должно превышать верхней границы диапазона измерений. Проводят анализ пробы без добавки и пробы с введенной добавкой в условиях повторяемости. В качестве результатов контрольных измерений в пробе ($\overline{C}_n$) и в пробе с добавкой ($\overline{C}_{n+d}$) используют среднеарифметические значения двух результатов единичных измерений, расхождения между которыми не превышают предела повторяемости [см. формулу (13)].

13.2 Проведение контрольной процедуры

Получают результаты измерений ОК в соответствии с требованиями раздела 10.

За результат контрольного измерения принимают результат измерения массовой концентрации кислоты $\overline{C}_i$ в ОК, мг/дм^3 (мг/кг), вычисленный по формуле (9) при выполнении условия повторяемости по формуле (13).

13.3 Вычисление результата контрольной процедуры K_k

Результат контрольной процедуры K_k, мг/дм^3 (мг/кг), вычисляют по формуле

$$K_k = \overline{C}_i - C_{ат}, \quad (17)$$

где $\overline{C}_i$ — результат контрольного измерения массовой концентрации анализируемой органической кислоты в ОК, мг/дм^3 (мг/кг);

$C_{ат}$ — установленное значение массовой концентрации определяемой органической кислоты в ОК, мг/дм^3 (мг/кг).

При проведении контрольной процедуры с использованием метода добавок результат контрольной процедуры K_k вычисляют по формуле

$$K_k = \overline{C}_{n+d} - (\overline{C}_n + C_d), \quad (18)$$

где $\overline{C}_{n+d}$ — среднеарифметическое значение двух результатов единичных измерений массовой концентрации анализируемой кислоты в пробе с добавкой, мг/дм^3 (мг/кг);

$\overline{C}_n$ — среднеарифметическое значение двух результатов единичных измерений массовой концентрации анализируемой кислоты в пробе без добавки, мг/дм^3 (мг/кг);

C_d — вычисленная величина добавки анализируемой кислоты, мг/дм^3 (мг/кг).

13.4 Вычисление норматива контроля К

Норматив контроля K, мг/дм^3 (мг/кг), вычисляют по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{Cn+d})^2 + (\Delta_{Cn})^2}, \quad (19)$$

где $\pm\Delta_{Cn}$ — характеристика погрешности результатов контрольного измерения, мг/дм^3 (мг/кг), соответствующая содержанию компонента в пробе без добавки;

$\pm\Delta_{Cn+d}$ — характеристика погрешности результатов контрольного измерения, мг/дм^3 (мг/кг), соответствующая содержанию компонента в пробе с добавкой, вычисленная по формуле

$$\pm\Delta_{Cn+d} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}_{n+d}, \quad (20)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

±δ — относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, %, указанное в таблице 10;

$\overline{C}_{n+d}$ — среднеарифметическое значение двух результатов единичных измерений — массовой концентрации компонента в пробе с добавкой, мг/дм^3 (мг/кг).

Характеристику погрешности результатов контрольного измерения $\pm\Delta_{Cn}$, мг/дм^3 (мг/кг), соответствующую содержанию компонента в пробе без добавки, вычисляют по формуле

$$\Delta_{Cn} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}_{n}, \quad (21)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

±δ — относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, %, указанное в таблице 10;

$\overline{C}_{n}$ — среднеарифметическое значение двух результатов единичных измерений массовой концентрации анализируемого компонента в пробе без добавки, мг/дм^3 (мг/кг).

Таблица 10 — Относительные значения характеристики погрешности результатов измерений

Наименование компонентов	Интервал значений массовой концентрации, г/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность) ±δ, %	
		Жидкие пробы	Пюреобразные пробы
Винная, яблочная	От 10 до 500 включ. От 500 до 10000 включ.	25.39 13.24	30.18 17.68
Щавелевая	От 10 до 250 включ. Св. 250 до 1500 включ.	25.57 13.36	30.37 18.23
Молочная	От 60 до 500 включ. От 500 до 5000 включ.	26.25 13.78	28.73 17.04
Уксусная, янтарная	От 50 до 250 включ. Св. 250 до 2000 включ.	25.51 13.23	29.96 23.07
Лимонная	От 20 до 500 включ. Св. 500 до 10000 включ.	30.06 13.54	31.68 17.66
Шикимовая	От 2,5 до 10,0 включ. Св. 10,0 до 100,0 включ.	19.57 11.72	31.17 17.92
Фумаровая, малеиновая	От 0,2 до 2,0 включ. Св. 2,0 до 10,0 включ.	18.95 14.02	29.07 20.86
Аскорбиновая	От 10 до 200 включ. От 200 до 1000 включ.	22.20 13.36	23.75 19.28

Если установлено лабораторное смещение, то норматив контроля K, мг/дм^3 (мг/кг) вычисляют по формуле

$$K = \frac{\Delta_m}{2}, \quad (22)$$

где Δ_m — установленное лабораторное смещение, мг/дм^3 (мг/кг).

13.5 Реализация решающего правила контроля

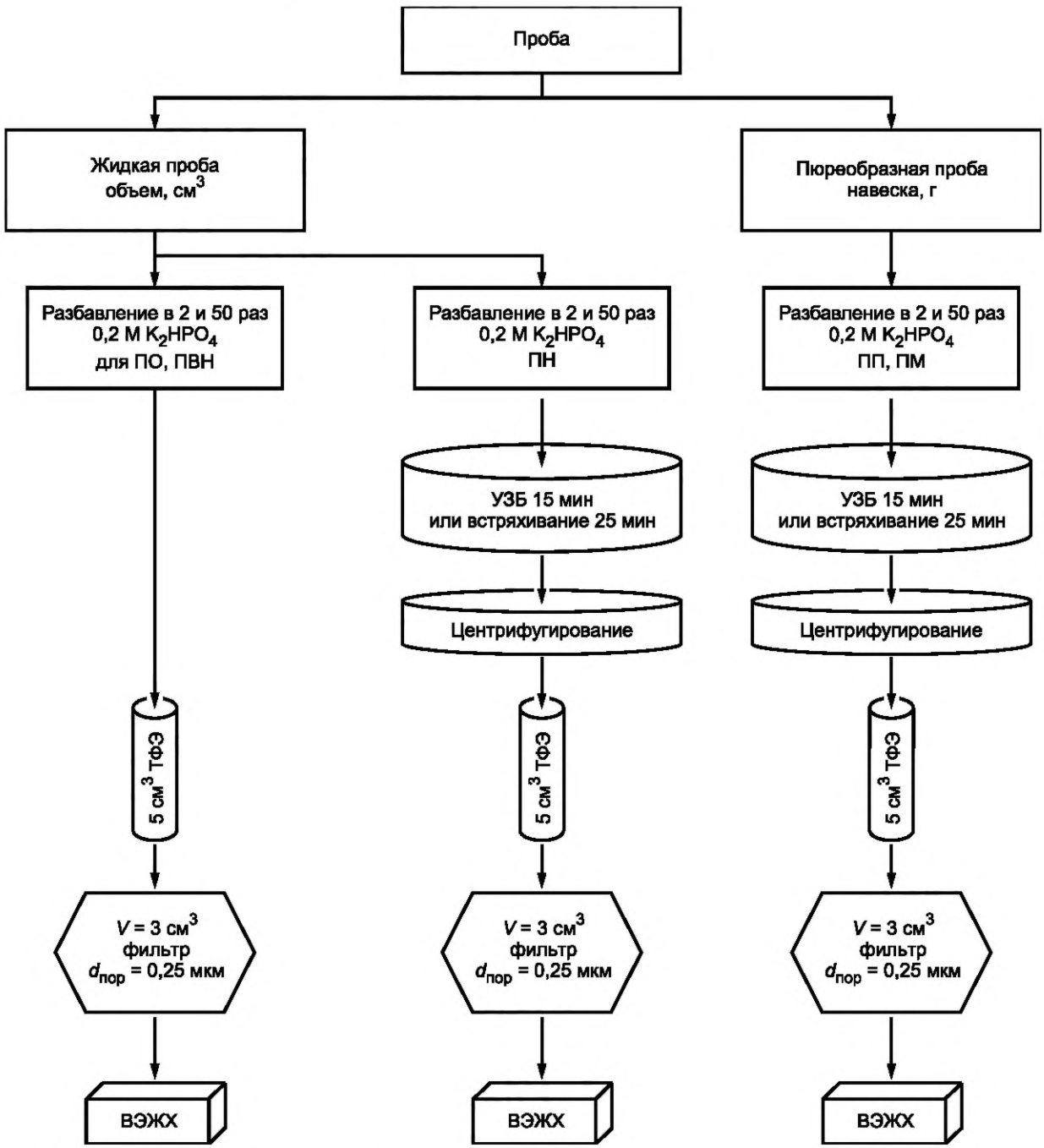
Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$|K_k| \le K. \quad (23)$$

При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (23) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(обязательное)

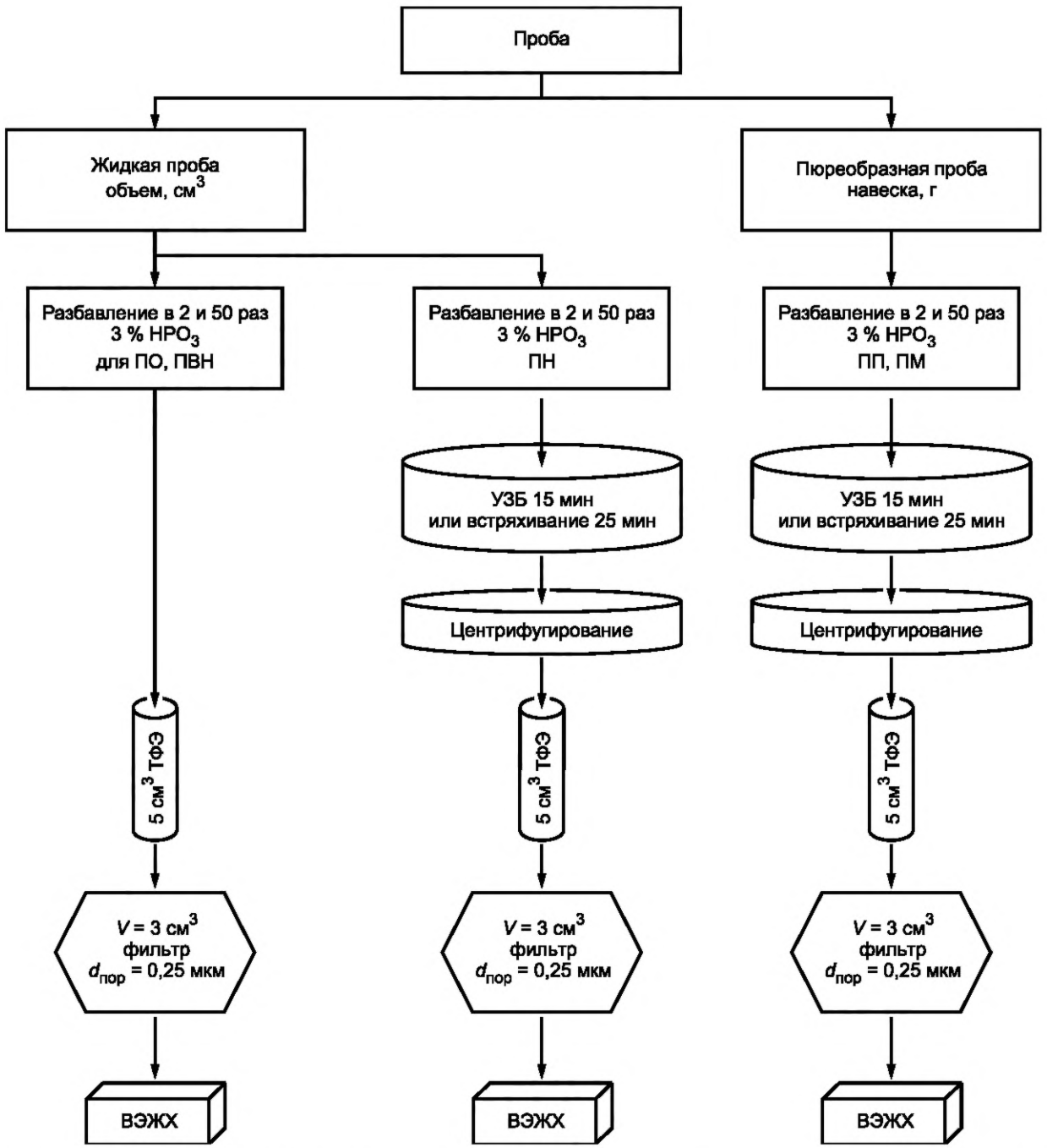
Схема подготовки проб для анализа органических кислот



ПМ — соки, нектары и сокосодержащие напитки с мякотью, ПН — соки, нектары и сокосодержащие напитки неосветленные, ПО — соки, нектары и сокосодержащие напитки осветленные, ПВН — винодельческая продукция, безалкогольные и слабоалкогольные напитки, ПП — пюреобразные продукты (продукты переработки фруктов, ягод и овощей, находящиеся или переведенные в пюреобразное состояние), ТФЭ — твердофазная экстракция, ВЭЖХ — высокоэффективная жидкостная хроматография, УЗБ — ультразвуковая баня

Рисунок А.1

Схема подготовки проб для анализа органических кислот, включая аскорбиновую кислоту



ПМ — соки, нектары и сокосодержащие напитки с мякотью, ПН — соки, нектары и сокосодержащие напитки неосветленные, ПО — соки, нектары и сокосодержащие напитки осветленные, ПВН — винодельческая продукция, безалкогольные и слабоалкогольные напитки, ПП — пюреобразные продукты (продукты переработки фруктов, ягод и овощей, находящиеся или переведенные в пюреобразное состояние), ТФЭ — твердофазная экстракция, ВЭЖХ — высокоэффективная жидкостная хроматография, УЗБ — ультразвуковая баня

Рисунок А.2

Приложение Б
(справочное)

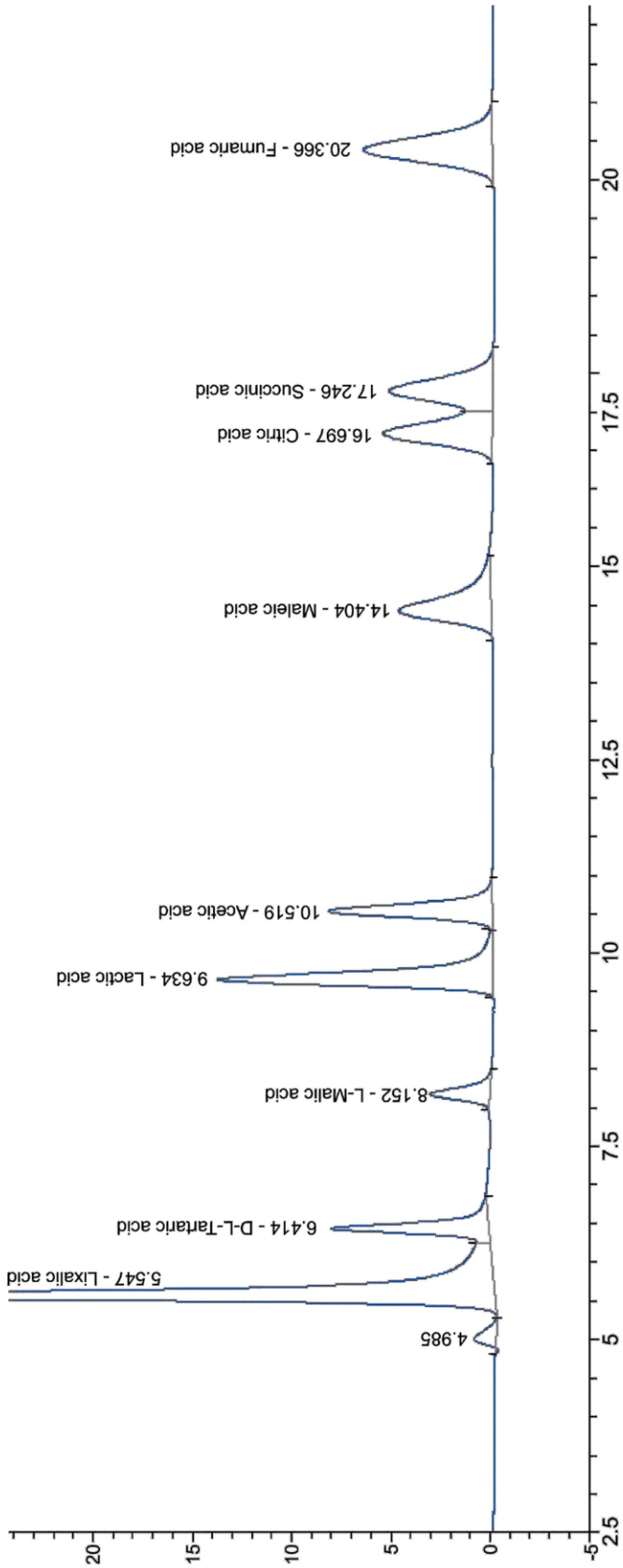


Рисунок Б.1 — Хроматограмма градуировочного раствора смеси органических кислот

УДК 663.2/.8:547.426.23:543.544.5:006.35 МКС 67.160.10
67.160.20

Ключевые слова: определение содержания, массовая концентрация, органическая кислота, безалкогольная продукция, слабоалкогольная продукция, винодельческая продукция, соковая продукция, соки, продукты переработки фруктов, продукты переработки овощей, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Редактор *Л. Л. Штендаль*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Р. А. Ментова*
Компьютерная верстка *А. С. Тыртышного*

Сдано в набор 23.08.2016. Подписано в печать 25.08.2016. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,52. Тираж 45 экз. Зак. 1996.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

МКС 67.160.10
67.160.20

Изменение № 1 ГОСТ 33410—2015 Продукция безалкогольная, слабоалкогольная, винодельческая и соковая. Определение содержания органических кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 179-П от 29.11.2024)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 17706

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 841 Реактивы. Кислота метафосфорная. Технические условия

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

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия*

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

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

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

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 по указателям 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.».

Дополнить сноской:

«———————

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018».

Раздел 4. Первое предложение. Заменить слово: «обращено-фазной» на «обращенно-фазовой».

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2026—11—01 с правом досрочного применения.

Раздел 7. Второй и третий абзацы изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные электронные по ГОСТ OIML R 76-1, специального класса точности, с максимальной нагрузкой 220 г, действительной ценой деления 0,0001 г.

Весы лабораторные электронные по ГОСТ OIML R 76-1, специального класса точности, с максимальной нагрузкой 510 г, действительной ценой деления 0,0001 г.»;

десятый абзац. Заменить единицу измерения: «kHz» на «кГц».

Пункт 8.5.1. Первый абзац. Заменить слово: «обращнно-фазная» на «обращенно-фазовая:»;

девятый абзац изложить в новой редакции:

«Время стабилизации хроматографической системы перед следующим анализом — 20 мин для красных вин, винодельческой продукции.»;

дополнить абзацем (после последнего):

«Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение многокомпонентной смеси определяемых соединений. Величина степени разделения пиков Rs должна быть не менее 0,8.».

Пункт 9.3. Первый абзац. Заменить слова: «на характеристическом времени» на «с характеристическим временем».

Раздел 11. Второй абзац. Заменить формулу: «$(\overline{C} \pm \Delta)$, мг/дм^3 (мг/кг)» на «$\overline{C} \pm \Delta$».

Приложение Б изложить в новой редакции:

«Приложение Б
(справочное)

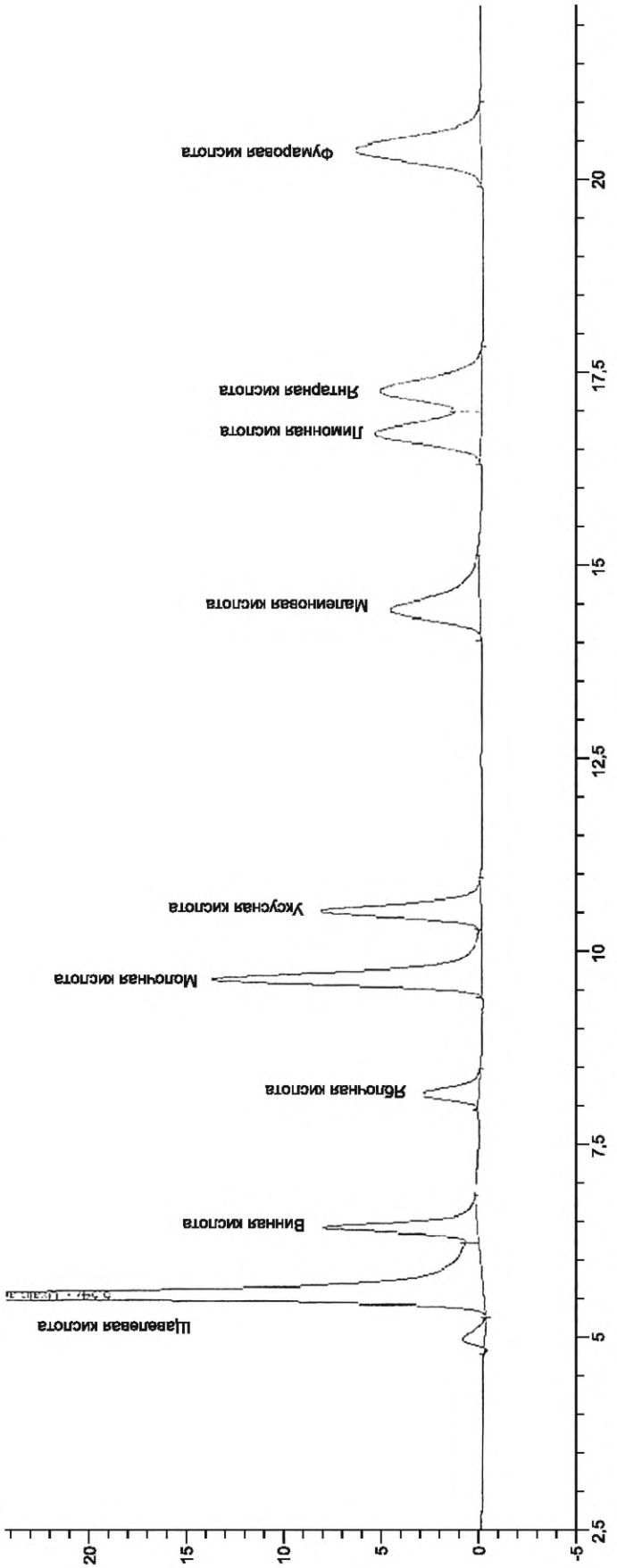


Рисунок Б.1 — Хроматограмма градуировочного раствора смеси органических кислот»

(ИУС № 2 2026 г.)

МКС 67.160.10
67.160.20

Изменение № 1 ГОСТ 33410—2015 Продукция безалкогольная, слабоалкогольная, винодельческая и соковая. Определение содержания органических кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 179-П от 29.11.2024)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 17706

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2 изложить в новой редакции:

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

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 841 Реактивы. Кислота метафосфорная. Технические условия

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

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия*

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

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

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

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 по указателям 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.».

Дополнить сноской:

«———————

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018».

Раздел 4. Первое предложение. Заменить слово: «обращено-фазной» на «обращенно-фазовой».

---

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2026—11—01 с правом досрочного применения.

Раздел 7. Второй и третий абзацы изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные электронные по ГОСТ OIML R 76-1, специального класса точности, с максимальной нагрузкой 220 г, действительной ценой деления 0,0001 г.

Весы лабораторные электронные по ГОСТ OIML R 76-1, специального класса точности, с максимальной нагрузкой 510 г, действительной ценой деления 0,0001 г.»;

десятый абзац. Заменить единицу измерения: «kHz» на «кГц».

Пункт 8.5.1. Первый абзац. Заменить слово: «обращнно-фазная» на «обращенно-фазовая:»;

девятый абзац изложить в новой редакции:

«Время стабилизации хроматографической системы перед следующим анализом — 20 мин для красных вин, винодельческой продукции.»;

дополнить абзацем (после последнего):

«Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение многокомпонентной смеси определяемых соединений. Величина степени разделения пиков Rs должна быть не менее 0,8.».

Пункт 9.3. Первый абзац. Заменить слова: «на характеристическом времени» на «с характеристическим временем».

Раздел 11. Второй абзац. Заменить формулу: «$(\overline{C} \pm \Delta)$, мг/дм^3 (мг/кг)» на «$\overline{C} \pm \Delta$».

Приложение Б изложить в новой редакции:

«Приложение Б
(справочное)

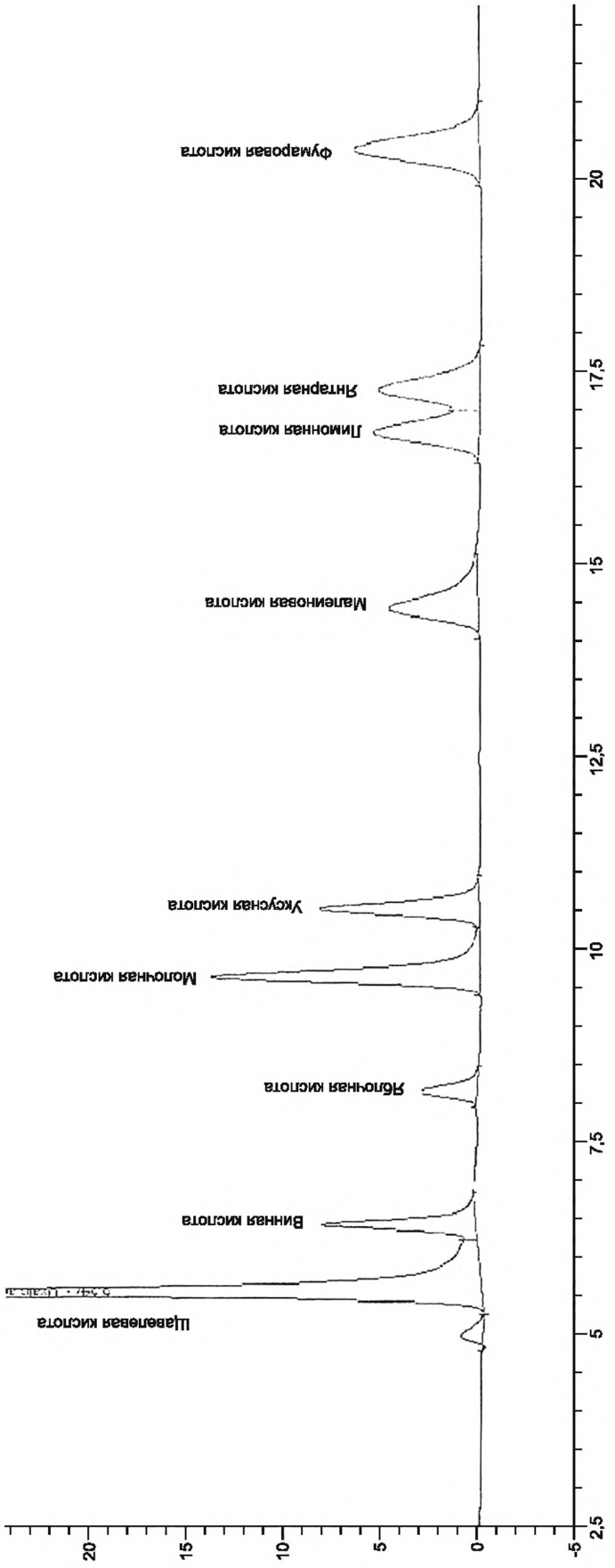


Рисунок Б.1 — Хроматограмма градуировочного раствора смеси органических кислот»

(ИУС № 2 2026 г.)

gost.e-ecolog.ru