МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34414— 2018

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового сырья

Часть 2

Определение макроэлементов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 Всероссийским научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИКП — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 августа 2018 г. № 473-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34414—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 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, оформление, 2018

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 Условия проведения измерений 2
4 Требования безопасности 2
5 Требования к квалификации оператора 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 2
7 Сущность метода 3
8 Отбор и подготовка проб 4
9 Подготовка к проведению измерений 4
10 Проведение измерений 6
11 Обработка результатов 8
12 Контроль точности результатов измерений 9
Приложение А (справочное) Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового сырья

Часть 2

Определение макроэлементов

Confectionery.
Methods for determination of mass fraction of fruit raw materials.
Part 2. Determination of the presence of macroelements

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сахаристые кондитерские изделия, изготовленные с использованием фруктово-ягодного сырья, и устанавливает метод определения содержания макроэлементов (калия, натрия, магния, кальция) с использованием капиллярного электрофореза.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

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

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

ГОСТ 5904—82 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

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

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 «Национальные стандарты» 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 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... 93,3 — 107 кПа;
- относительная влажность воздуха ..... не более 75 %;
- напряжение в сети ..... (220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Система капиллярного электрофореза, оснащенная кварцевым капилляром (эффективная длина не менее 50 см), диодно-матричным детектором, позволяющим регистрировать оптическое поглощение в диапазоне длин волн от 210 до 280 нм.

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,2 мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 класса точности I с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

pH-метр с диапазоном измерений pH от 1 до 14 ед. pH, с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 ед. pH.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения не менее 3000 об/мин.

Баня ультразвуковая, обеспечивающая поддержание температуры до 80 °С.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С с погрешностью не более ± 2 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерений 0 °С—100 °С, с ценой деления 1 °С, с пределом допускаемой погрешности ±2°С по ГОСТ 28498.

Аквадистиллятор.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 1—5 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 %, с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,005—0,05 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 %, с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Пипетки градуированные номинальной вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-50-1, 2-100-1 и 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 3-500, 1-250 или 3-250, 3-25 и 3-50 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-10 ТС, В-1- 50 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки ВФ-1-56 ХС по ГОСТ 25336.

Виалы стеклянные объемом 4 $см^3$ с герметично закрывающимися пластмассовыми крышками и септами.

Склянки стеклянные с широкой горловиной объемом 50 $см^3$ с герметично закрывающимися винтовыми крышками.

Пробирки центрифужные из полипропилена объемом 50 $см^3$ с винтовыми крышками.

Фильтры мембранные с порами диаметром не более 0,45 мкм.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов катионов калия, кальция, магния, натрия массовой концентрации 1 $г/дм^3$ с допускаемой относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 2 %. Для расчетов используется аттестованное значение из паспорта изготовителя.

Гидроокись натрия, х. ч. по ГОСТ 4328.

Кислота соляная, х. ч. по ГОСТ 3118.

Винная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,5% ($C_4H_6O_6$).

18-Crown-6, (далее — 18-Краун-6), массовая доля основного вещества не менее 99,0% ($C_{12}H_{24}NO_6$).

Бензимидазол, ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 98,0% ($C_7H_6N_2$).

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

7 Сущность метода

Метод определения массовой доли макроэлементов с использованием капиллярного электрофореза основан на миграции и разделении катионов под действием электрического поля вследствие их различной электрофоретической подвижности.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 4,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

9.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 20,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

9.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды, добавляют 40 см^3 соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не ограничен.

9.4 Приготовление компонентов для буферного раствора

9.4.1 Приготовление раствора бензимидазола молярной концентрацией 40 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,473 г бензимидазола, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, затем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 мес.

9.4.2 Приготовление раствора винной кислоты молярной концентрацией 20 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,30 г винной кислоты, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, затем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

9.4.3 Приготовление раствора 18-Краун-6 молярной концентрацией 19,85 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,525 г 18-Краун-6, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, затем доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 6 мес.

9.5 Приготовление буферного раствора

Для приготовления 20 см^3 буферного раствора в сухую емкость приливают 5 см^3 раствора бензимидазола (см. 9.4.1), 5 см^3 раствора винной кислоты (см. 9.4.2), 2,0 см^3 раствора 18-Краун-6 (см. 9.4.3) и 8,0 см^3 дистиллированной воды, перемешивают. Затем полученный буферный раствор фильтруют через мембранный фильтр в центрифужную пробирку, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин.

Буферный раствор должен иметь значение pH = 5,05 ± 0,05.

Примечание — Допускается доводить значение pH до требуемой величины.

Раствор готовят в объеме, необходимом и достаточном для проведения работ в течение одного рабочего дня.

Буферный раствор можно использовать для выполнения не более пяти измерений. После проведения пяти измерений буферный раствор в виале заменяют на новую порцию раствора.

Примечание — Приготовленный буферный раствор содержит 10 ммоль/дм^3 бензимидазола, 5 ммоль/дм^3 винной кислоты, 2 ммоль/дм^3 18-Краун-6 в 1 дм^3.

9.6 Приготовление градуировочных растворов смеси макроэлементов

9.6.1 Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 50 мг/дм^3 и магния массовой концентрацией 25 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой по 5 см^3 ГСО калия, натрия, кальция и 2,5 см^3 ГСО магния, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерных материалов при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 мес.

9.6.2 Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 0,5 мг/дм^3 и магния массовой концентрацией 0,25 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 1 см^3 градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 9.6.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерных материалов при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 7 сут.

9.6.3 Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 2,0 мг/дм^3 и магния массовой концентрацией 1,0 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 4 см^3 градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 9.6.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерных материалов при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 7 сут.

9.6.4 Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 5,0 мг/дм^3 и магния массовой концентрацией 2,5 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 9.6.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерных материалов при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 21 сут.

9.6.5 Приготовление градуировочного раствора смеси макроэлементов калия, натрия, кальция массовой концентрацией по 20 мг/дм^3 и магния массовой концентрацией 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 40 см^3 градуировочного раствора смеси макроэлементов (см. 9.6.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в плотно закрытых емкостях из полимерных материалов при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 21 сут.

9.7 Подготовка пробы

Для сахаристых кондитерских изделий (мармелада, желейных конфет, карамели с фруктовой начинкой, пастилы, зефира) предварительно готовят водный раствор.

Из средней пробы кондитерского изделия, отобранной в соответствии с разделом 8, а затем измельченной, берут навеску массой 1 г, взвешивают с записью до третьего десятичного знака и помещают в стеклянную склянку вместимостью 50 см^3. Затем добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и взбалтывают до получения однородной суспензии. Плотно закрывают крышкой и помещают в ультразвуковую баню.

Если результат измерения не укладывается в диапазон содержания макроэлементов, то следует взять массу навески, обеспечивающую результат в требуемом диапазоне.

Экстракцию макроэлементов проводят на ультразвуковой бане:

- для пастильных изделий и зефира при температуре 65 °С в течение 45 мин с целью осаждения белковых веществ;
- для остальных кондитерских изделий при температуре 40 °С в течение 45 мин.

Затем экстракты фильтруют сначала через бумажный фильтр, затем через мембранный фильтр в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин.

Массовую долю фруктового сырья в карамели с фруктовой начинкой определяют в начинке, а массовую долю фруктового сырья в готовом изделии определяют расчетным путем, исходя из процентного содержания начинки в карамели.

При определении макроэлементов проводят два измерения в условиях повторяемости (ГОСТ ИСО 5725-1, подраздел 3.14).

10 Проведение измерений

10.1 Подготовка системы капиллярного электрофореза к измерениям

Для детектирования макроэлементов используют косвенный метод при длине волны 254 нм. Капилляр с внутренним диаметром 75 мкм, эффективной длиной 50—95 см. Систему капиллярного электрофореза подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- рабочее напряжение 13 кВ;
- рекомендуемая температура для анализа 21 °С;
- длительность анализа 40 мин;
- ввод пробы гидродинамический под давлением 150 мбар × 5 с.

Примечание — Все растворы для системы капиллярного электрофореза должны быть профильтрованы через мембранный фильтр и дегазированы на центрифуге.

10.2 Подготовка капилляра

10.2.1 Подготовка нового капилляра

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При отсутствии в руководстве (инструкции) указаний к подготовке нового капилляра его последовательно промывают дистиллированной водой в течение 10 мин, раствором 0,5 моль/дм^3 соляной кислоты (см. 9.3) в течение 30 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, раствором 0,5 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.2) в течение 30 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин и буферным раствором (см. 9.5) в течение 30 мин.

10.2.2 Подготовка капилляра к работе

Перед измерением подготавливают капилляр к работе, промывая его раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 5 мин (давление ввода 1500 мбар), дистиллированной водой в течение 5 мин (давление ввода 1500 мбар), затем буферным раствором (см. 9.5) в течение 8 мин (давление ввода 1500 мбар).

Капилляр промывают каждый раз при включении прибора.

10.2.3 Промывка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Между измерениями капилляр промывают раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 5 мин (давление ввода 1500 мбар), дистиллированной водой в течение 5 мин (давление ввода 1500 мбар), затем буферным раствором (см. 9.5) в течение 8 мин (давление ввода 1500 мбар).

После завершения измерений капилляр промывают в течение 10 мин раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с дистиллированной водой.

Примечание — При обнаружении на электрофореграммах дрейфа нулевой линии, ступеней и смещения времен миграции макроэлементов рекомендуется:

- увеличить продолжительность промывания капилляра буферным раствором между измерениями;
- провести промывание капилляра буферным раствором при рабочем напряжении в течение 2—3 мин;
- заменить буферный раствор в виалах на входе и на выходе свежими порциями.

10.2.4 Условия хранения капилляра

Если перерыв в работе составляет:

- не более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 10 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с дистиллированной водой;

- более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают последовательно раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 10 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, затем капилляр продувают воздухом в течение 10 мин. Хранят капилляр в сухом состоянии, при этом перед использованием капилляр подготавливают к работе по 10.2.1.

10.3 Градуировка прибора

10.3.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку прибора проводят, используя градуировочные растворы смеси макроэлементов, приготовленные по 9.6, при заданных рабочих параметрах прибора по 10.1. При этом непосредственно перед измерениями подготавливают капилляр к работе по 10.2.2. Устанавливают в прибор градуировочные растворы смеси макроэлементов и анализируют их в порядке возрастания массовой концентрации. Оптическое поглощение (высота пика) соответствующего макроэлемента определяют в двух параллельных определениях.

Пример электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов представлен на рисунке А.1 приложения А.

Устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости оптического поглощения соответствующего макроэлемента от его массовой концентрации в градуировочном растворе смеси макроэлементов, которая должна проходить через 0.

Градуировочные характеристики признаются приемлемыми, если соблюдается следующее требование:

- коэффициент корреляции должен быть не менее 0,9.

При несоблюдении требования находят причины несоответствия и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта или длительного простоя прибора (более 14 сут), при смене партии хотя бы одного из компонентов буферного раствора, при изменении хотя бы одного из параметров или характеристик прибора (см. 10.1), а также при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 10.3.2) градуировку прибора проводят заново.

10.3.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют перед началом анализа проб после промывания капилляра в соответствии с 10.2.2, используя в качестве контрольного образца раствор, содержащий определяемые макроэлементы в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (см. 9.6.5).

Контрольный образец анализируют при заданных параметрах прибора по 10.1. Результаты первого измерения (оптическое поглощение) не используют.

На электрофореграмме идентифицируют определяемые макроэлементы, сравнивая с электрофореграммой градуировочного раствора по времени миграции. Определяют оптическое поглощение для каждого определяемого макроэлемента из электрофореграммы.

Используя градуировочную характеристику (см. 10.3.1), устанавливают значение массовой концентрации конкретного макроэлемента в контрольном образце $C_к$, мг/дм^3.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$\left|C_к - C_0\right| \le 0{,}01 \cdot G \cdot C_0, \qquad (1)$$

где $C_к$ — установленное из градуировочного графика значение массовой концентрации конкретного макроэлемента, мг/дм^3;

C_0 — действительная массовая концентрация конкретного макроэлемента в контрольном растворе, использованном для контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм^3;

G — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %, рассчитываемый по формуле

$$G = 0{,}8 \cdot \delta\,, \qquad (2)$$

где δ — границы относительной погрешности (см. таблицу 1), %.

10.4 Порядок выполнения измерений

10.4.1 Промывают капилляр в соответствии с требованиями 10.2.3.

10.4.2 В виалу вместимостью 4 см^3 помещают пипеточным дозатором 3 см^3 экстракта пробы, приготовленного по 9.7. Виалу помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят измерения при условиях, указанных в 10.1.

На электрофореграмме идентифицируют определяемые макроэлементы, сравнивая с электрофореграммой градуировочного раствора (см. 9.6.5) по времени миграции. Определяют оптическое поглощение для каждого определяемого макроэлемента из электрофореграммы.

10.4.3 При сомнении в идентификации макроэлемента используют метод добавок.

В виалу вместимостью 4 см^3 пипеточным дозатором помещают 3 см^3 экстракта анализируемой пробы (см. 9.7) и добавляют 15 мм^3 ГСО водного раствора предполагаемого макроэлемента. Виалу помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят анализ при условиях, указанных в 10.1.

Если на полученной электрофореграмме высота пика увеличилась, то макроэлемент идентифицирован правильно, если появился новый пик, то макроэлемент идентифицирован неверно.

11 Обработка результатов

11.1 Содержание конкретного макроэлемента в изделиях C, мг/100г продукта, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_{ст} \cdot A \cdot V}{A_{ст} \cdot m \cdot 10}\,, \qquad (3)$$

где $C_{ст}$ — массовая концентрация макроэлемента в градуировочном растворе, содержащем определяемые макроэлементы в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (см. 9.6.5), мг/дм^3;

A — оптическое поглощение макроэлемента в анализируемой пробе, %;

$A_{ст}$ — оптическое поглощение макроэлемента в градуировочном растворе, %;

V — объем воды, взятый для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3;

m — масса анализируемой пробы, г;

10 — коэффициент пересчета, учитывающий переход от содержания макроэлементов в мг/дм^3 к содержанию макроэлементов в мг/100 г продукта.

11.2 За окончательный результат определения содержания конкретного макроэлемента в кондитерских изделиях принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|C_1 - C_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot C_{ср}\,, \qquad (4)$$

где C_1 и C_2 — результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %;

$C_{ср}$ — среднеарифметическое значение C_1 и C_2, %.

11.3 Результат определения содержания конкретного макроэлемента представляют в виде:

$$(C_{ср} \pm \Delta)\ \%\ \text{при}\ P = 0{,}95, \qquad (5)$$

где $C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений содержания макроэлемента, %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения содержания макроэлементов, которое рассчитывается по формуле, %.

$$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot C_{ср}, \quad (6)$$

где δ — границы относительной погрешности, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости при $P = 0{,}95$, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Наименование макроэлемента	Диапазон измерений содержания макроэлемента, мг/100г	Предел повторяемости (сходимости) ($n = 2$). $P = 0{,}95 r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (сходимости) ($m = 2$). $P = 0{,}95 R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, $P = 0{,}95$
Калий	5—500	4	7	5
Магний	2—250	22	34	24
Натрий	3—300	4	8	6
Кальций	4—300	16	26	18

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

12 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 6.2).

Приложение А
(справочное)

Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов

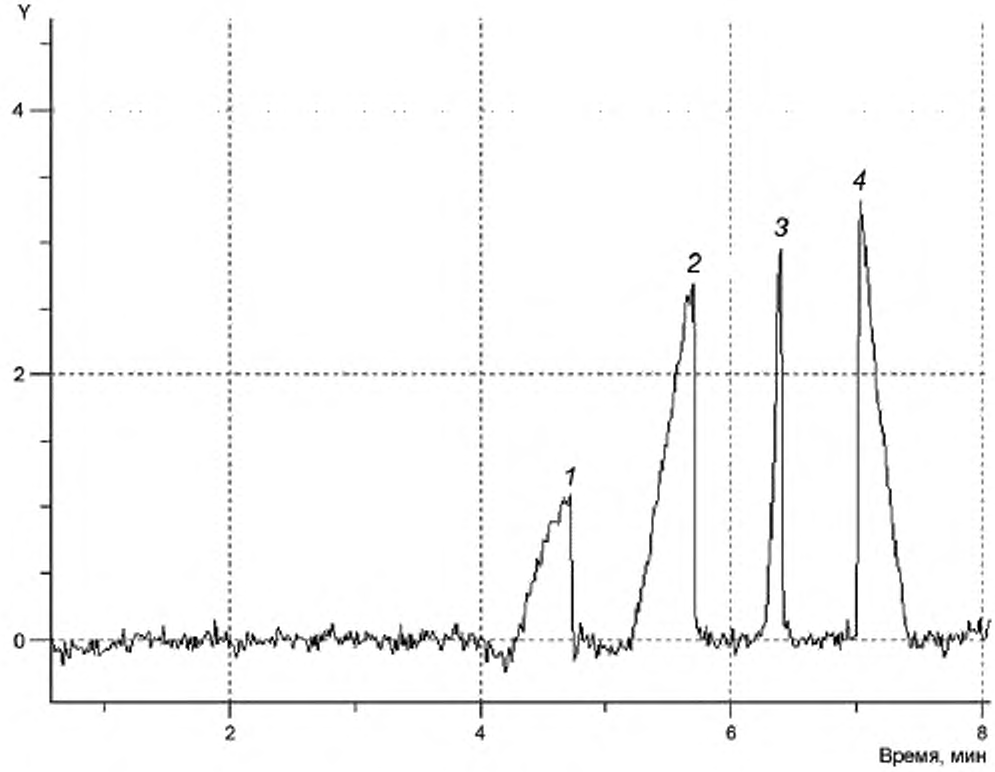


Рисунок А.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора смеси макроэлементов калия (1), натрия (2), магния (3) и кальция (4)

УДК 664.14:543.06:006.35 МКС 67.180.10

Ключевые слова: изделия кондитерские, макроэлементы, капиллярный электрофорез, электрофореграмма градуировочного раствора, смеси макроэлементов калия, натрия, магния, кальция

БЗ 8—2018/9

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.08.2018. Подписано в печать 22.08.2018 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал
Усл. печ. л. 1,86 Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru