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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34749— 2021

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И БЕЗАЛКОГОЛЬНАЯ

Метод определения массовой концентрации хинина

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг» (ООО «Люмэкс-маркетинг»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2021 г. № 59)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2021 г. № 664-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34749—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Требования безопасности 2
5 Условия проведения испытаний 2
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка к проведению испытаний 3
9 Проведение испытаний 7
10 Обработка результатов измерений 8
11 Метрологические характеристики 8
12 Контроль качества результатов измерений 9
13 Оформление результатов измерений 9
Приложение А (справочное) Примеры электрофореграмм 10

Поправка к ГОСТ 34749—2021 Продукция алкогольная и безалкогольная. Метод определения массовой концентрации хинина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 5 2025 г.)

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 АЛКОГОЛЬНАЯ И БЕЗАЛКОГОЛЬНАЯ

Метод определения массовой концентрации хинина

Alcoholic and non-alcoholic products.
Method for the determination of the mass concentration of quinine

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную и безалкогольную продукцию и устанавливает метод определения массовой концентрации хинина с использованием капиллярного электрофореза.

Диапазон измерений массовой концентрации хинина составляет от 10 до 1000 мг/дм^3.

Определению хинина не мешают подсластители (в том числе ацесульфам калия, сахарин и его соли), консерванты (в том числе бензойная, сорбиновая кислоты и их соли), витамины группы В, витамин С, ванилин, кофеин, теобромин.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6687.0 Продукция безалкогольной промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 16317 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

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

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

ГОСТ 31730 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 32080 Изделия ликероводочные. Правила приемки и методы анализа

Издание официальное

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

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

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

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

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 документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод капиллярного электрофореза для определения массовой концентрации хинина основан на разделении хинина и сопутствующих компонентов пробы под действием электрического поля в кварцевом капилляре. Идентификацию и количественное определение хинина проводят, регистрируя оптическое поглощение в ультрафиолетовой области спектра.

4 Требования безопасности

При проведении испытаний следует соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

5 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды — от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 %.

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.1 Средства измерений

6.1.1 Система капиллярного электрофореза (далее — прибор), оснащенная кварцевым капилляром общей длиной от 60 до 70 см и с внутренним диаметром 75 мкм, спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения при длине волны от 190 до 380 нм, и компьютером с программным обеспечением для регистрации и обработки электрофореграмм.

6.1.2 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

6.1.3 Колбы мерные 2-го класса точности, исполнений 1, 2, 2а, вместимостью 25, 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.1.4 Пипетки градуированные 2-го класса точности, любого типа и исполнения, вместимостью 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

6.1.5 Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100 мкл, 100—1000 мкл, 1000—5000 мкл, с относительной погрешностью дозирования не более ±3 %.

Примечание — Допускается использование других средств измерений, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

6.2 Вспомогательные устройства и материалы

6.2.1 Дистиллятор, или бидистиллятор, или установка для получения деионизованной воды.
6.2.2 Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 5000 об/мин (83 $с^{-1}$).
6.2.3 Устройство для перемешивания проб.
6.2.4 Баня водяная.
6.2.5 Насос лабораторный вакуумный, мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336.
6.2.6 Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.
6.2.7 Стаканы любого исполнения вместимостью 25, 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.
6.2.8 Колбы с тубусом любого исполнения вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.
6.2.9 Пробирки однократного применения (типа Эппендорф) вместимостью 1,5 $см^3$.
6.2.10 Шприц медицинский одноразовый вместимостью 10, 20 $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.
6.2.11 Оправа для фильтра и фильтры целлюлозно-ацетатные с размером пор 0,20 или 0,22 мкм, диаметром 25 мм или фильтры одноразовые шприцевые целлюлозно-ацетатные с размером пор 0,20 или 0,22 мкм.
6.2.12 Емкости пластиковые с завинчивающими крышками или стеклянные емкости с притертыми крышками для хранения растворов вместимостью от 15 до 100 $см^3$.

Примечание — Допускается использование вспомогательного оборудования и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

6.3 Реактивы

6.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 1 или 2 степени чистоты, или вода бидистиллированная, или вода деионизованная (далее — вода для анализа).
6.3.2 Гидроокись натрия по ГОСТ 4328, х. ч.
6.3.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.
6.3.4 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.
6.3.5 Натрий тетраборнокислый, стандарт титр, молярная концентрация 0,05 моль/$дм^3$ (молярная концентрация эквивалента 0,1 моль/$дм^3$) или натрий тетраборнокислый десятиводный по ГОСТ 4199, х. ч.
6.3.6 Додецилсульфат натрия, массовая доля основного вещества не менее 98 %.
6.3.7 Хинин, массовая доля основного вещества не менее 98 %.

Примечание — Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, по качеству не ниже вышеуказанных.

7 Отбор проб

Отбор проб напитков проводят в соответствии с ГОСТ 6687.0, ГОСТ 31730, ГОСТ 32080 или нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

8 Подготовка к проведению испытаний

8.1 Подготовка лабораторной посуды

Лабораторную посуду моют разбавленным раствором щелочи, например, 1 %-ным раствором гидроокиси натрия, без применения других моющих средств, тщательно промывают водопроводной водой и многократно ополаскивают водой для анализа. Допускается использовать для мытья концентрированную серную или азотную кислоту. Не допускается использовать для мытья посуды хромовую смесь.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия для промывки капилляра

В стакан из термостойкого стекла помещают 2 г гидроокиси натрия по 6.3.2 и растворяют в 100 см^3 воды для анализа.

Молярная концентрация приготовленного раствора приблизительно равна 0,5 моль/дм^3.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре — не более 6 мес.

8.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты для промывки капилляра

В стакан из термостойкого стекла помещают 100 см^3 воды для анализа, затем приливают 8 см^3 концентрированной соляной кислоты по 6.3.3 и перемешивают.

Молярная концентрация приготовленного раствора приблизительно равна 1 моль/дм^3.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре не ограничен.

8.2.3 Приготовление раствора тетраборнокислого натрия молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра по прилагаемой к нему инструкции.

При отсутствии стандарт-титра в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,91 ± 0,02) г тетраборнокислого натрия десятиводного, растворяют в 50—60 см^3 воды для анализа, затем доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре — 2 мес.

8.2.4 Приготовление раствора додецилсульфата натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают (1,44 ± 0,02) г додецилсульфата натрия, добавляют 10 см^3 воды для анализа, тщательно перемешивают, выдерживают на водяной бане при температуре 40 °С до полного растворения. После охлаждения раствора до комнатной температуры доводят до метки водой для анализа и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре — 3 мес.

8.2.5 Приготовление фонового электролита

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 5,0 см^3 раствора натрия тетраборнокислого по 8.2.3, 5,0 см^3 раствора додецилсульфата натрия по 8.2.4, доводят до метки водой для анализа и тщательно перемешивают. После смешения раствор фильтруют через мембранный фильтр в пластиковую посуду.

Фоновый электролит содержит 10 ммоль/дм^3 натрия тетраборнокислого и 40 ммоль/дм^3 додецилсульфата натрия.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре — 1 мес.

8.3 Приготовление градуировочных и контрольного растворов

8.3.1 Раствор хинина номинального значения массовой концентрации 1000 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают (25 ± 1) мг хинина, добавляют 5,0 см^3 этилового спирта, после растворения доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Массовую концентрацию хинина C_0, мг/дм^3, в растворе вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески, мг;

V — объем приготовленного раствора, дм^3, равный 0,025 дм^3.

Срок хранения раствора в стеклянной емкости при комнатной температуре — 1 мес.

8.3.2 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы № 1—3 (см. таблицу 1) готовят в мерных колбах путем разбавления водой для анализа раствора по 8.3.1 или градуировочного раствора более высокой концентрации.

Таблица 1 — Градуировочные растворы

Наименование параметра	Номер градуировочного раствора		
	№ 1	№ 2	№ 3
Массовая концентрация хинина, мг/дм^3	100	50	5
Раствор для приготовления	Раствор по 8.3.1	Раствор по 8.3.1	Градуировочный раствор № 2
Объем раствора для приготовления, см^3	2,5	2,5	2,5
Вместимость мерной колбы, см^3	25	50	25

Приведенные в таблице 1 значения массовой концентрации хинина являются номинальными. Массовую концентрацию хинина в градуировочных растворах $C_{гр,j}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{гр\,j} = \frac{C_{гр\,k} \cdot V_k}{V_j}, \quad (2)$$

где $C_{гр\,k}$ — массовая концентрация хинина в исходном растворе, использованном для приготовления данного раствора, мг/дм^3;

V_k — объем исходного раствора, использованный для приготовления данного раствора, см^3;

V_j — объем приготовленного раствора, см^3.

Срок хранения градуировочного раствора № 1 в стеклянной емкости при комнатной температуре — 3 сут, градуировочных растворов № 2 и № 3 в стеклянной емкости при комнатной температуре — 1 сут.

8.3.3 Контрольный раствор

Контрольный раствор используют для проверки работоспособности прибора и для контроля стабильности градуировочной характеристики по 8.5.2.

Для приготовления контрольного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2,5 см^3 раствора хинина по 8.3.1, доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Номинальная массовая концентрация хинина в контрольном растворе составляет 25 мг/дм^3. Фактическое значение массовой концентрации хинина в контрольном растворе вычисляют по формуле (2).

Раствор используют в день приготовления.

8.4 Подготовка капилляра к работе

8.4.1 Общие положения

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Ежедневную подготовку капилляра к работе, между измерениями и в конце рабочего дня проводят по 8.4.2—8.4.3.

Длительность отдельных процедур при подготовке капилляра к работе, между измерениями и в конце работы (см. 8.4.2—8.4.3) приведена для давления 1000 мбар.

Допускается изменять процедуры подготовки капилляра по сравнению с приведенными в 8.4.2—8.4.3. Выбирают оптимальную по времени и по промывочным растворам процедуру подготовки и строго ее соблюдают. Невыполнение этого условия может привести к ухудшению стабильности времен миграции хинина.

8.4.2 Ежедневная подготовка капилляра к работе

Перед проведением измерений капилляр последовательно промывают 3 мин водой для анализа, 5 мин раствором гидроокиси натрия по 8.2.1, 5 мин водой для анализа.

8.4.3 Подготовка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Непосредственно перед вводом пробы капилляр промывают фоновым электролитом по 8.2.5 в течение 3 мин.

После анализа капилляр промывают фоновым электролитом по 8.2.5 в течение 3 мин.

При работе с подготовленными пробами на электрофореграмме могут наблюдаться, например, дрейф базовой линии, появление ступеней, сдвиг времен миграции хинина, что связано с возможным влиянием матричных компонентов или примесей. В этом случае рекомендуется:

- увеличить продолжительность промывки капилляра фоновым электролитом между измерениями;
- заменить фоновый электролит в пробирках на входе и на выходе свежими порциями;
- промыть капилляр 3 мин водой для анализа, 5 мин раствором гидроокиси натрия по 8.2.1, 3 мин водой для анализа.

После завершения измерений капилляр промывают 3 мин водой для анализа, 5 мин раствором соляной кислоты по 8.2.2, 5 мин водой для анализа, 5 мин раствором гидроокиси натрия по 8.2.1, 5 мин водой для анализа. В конце рабочего дня удаляют из прибора все пробирки, кроме пробирок с водой для анализа, и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с водой для анализа.

8.5 Градуировка прибора и контроль стабильности градуировочной характеристики

8.5.1 Градуировка прибора

Перед проведением измерений все растворы центрифугируют в течение 5 мин при частоте вращения 5000 об/мин (83 $с^{-1}$).

Непосредственно перед проведением измерений готовят капилляр в соответствии с 8.4.2. Между измерениями капилляр промывают по 8.4.3.

Через 5—7 измерений пробирки на входе и выходе заново заполняют свежими порциями фонового электролита.

Рекомендуемые параметры регистрации электрофореграмм приведены в таблице 2. При необходимости оптимизируют параметры в рекомендованных интервалах таким образом, чтобы высота пика хинина в градуировочных растворах была максимальной. Пример электрофореграммы градуировочного раствора и значения параметров, при которых она зарегистрирована, приведены в приложении А, рисунок А.1 и таблица А.1.

Таблица 2 — Рекомендуемые параметры регистрации электрофореграмм

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	От 240 до 260
Температура, °С	От 20 до 25
Ввод пробы гидродинамический, мбар·с	От 150 до 200
Напряжение, кВ	От 20 до 25

Диапазон градуировочной характеристики составляет от 5,0 до 100 мг/$дм^3$.

Обрабатывают электрофореграммы в соответствии с Руководством по эксплуатации прибора и/или Руководством пользователя программного обеспечения, используемого для сбора и обработки данных, и устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости площади пика от массовой концентрации хинина.

Градуировочная характеристика признается приемлемой при выполнении следующих условий:

- значение коэффициента корреляции более 0,99;
- относительное отклонение измеренного значения массовой концентрации хинина от фактического значения в каждой точке градуировочной характеристики не превышает ±8 %.

Допускается использовать дополнительные критерии приемлемости градуировочных характеристик в соответствии с рекомендациями разработчиков программного обеспечения.

При несоблюдении указанных требований находят причины несоответствий и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта прибора, при изменении параметров проведения измерений (см. таблицу 2), а также получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.5.2) градуировку прибора проводят заново.

8.5.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале рабочего дня перед измерениями.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольный раствор по 8.3.3, который анализируют не менее двух раз в условиях, приведенных в таблице 2.

На полученных электрофореграммах проводят автоматическую идентификацию пика хинина, установив ширину окна идентификации 5 %.

При помощи программного обеспечения вычисляют массовую концентрацию хинина в контрольном растворе для каждого ввода ($C_{к\,1}$ и $C_{к\,2}$, мг/дм^3), используя действующую на данный момент градуировочную характеристику по 8.5.1, и проверяют выполнение условия:

$$\left|C_{к\,1} - C_{к\,2}\right| \le 0{,}07 \cdot \bar{C}_к, \qquad (3)$$

где $\bar{C}_к$ — среднее арифметическое значений массовой концентрации хинина для двух последовательных вводов ($C_{к\,1}$ и $C_{к\,2}$), мг/дм^3;

0,07 — норматив контроля для двух последовательных вводов.

При выполнении условия (3) за результат измерений принимают среднее арифметическое значений массовой концентрации хинина, полученное при двух последовательных вводах контрольного раствора ($\bar{C}_к$, мг/дм^3).

Градуировочная характеристика признается стабильной, если выполняется неравенство:

$$\left|\bar{C}_к - C_{к\,0}\right| \le 0{,}10 \cdot C_{к\,0}, \qquad (4)$$

где $C_{к\,0}$ — массовая концентрация хинина в контрольном растворе, мг/дм^3;

0,10 — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

При невыполнении условий (3) и/или (4) промывают капилляр по 8.4.3 и заново регистрируют две электрофореграммы контрольного раствора. При повторных отклонениях, превышающих указанные нормативы, прибор градуируют заново.

9 Проведение испытаний

9.1 Подготовка пробы

Пробы газированных напитков предварительно дегазируют. Для этого порцию напитка (не менее 50 см^3) помещают в коническую колбу с тубусом вместимостью 100 см^3 и подключают к лабораторному насосу (см. 6.2.5). Дегазируют в течение 10—15 мин. Допускается дегазировать пробы перемешиванием в течение 15 мин с помощью перемешивающего устройства (см. 6.2.3).

В чистый сухой сосуд помещают 5,0 см^3 исходной или дегазированной пробы, 5,0 см^3 воды для анализа и перемешивают. Коэффициент разбавления пробы Q_1 = 2. Если проба содержит осадок и/или взвешенные частицы, то перед отбором аликвоты его тщательно перемешивают.

Перед анализом подготовленные пробы центрифугируют в течение 5 мин при частоте вращения не менее 5000 об/мин (83 с$^{-1}$).

Примечание — Если после центрифугирования проба остается мутной, то ее рекомендуется отфильтровать через целлюлозно-ацетатный фильтр.

9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм

Для каждой подготовленной пробы регистрируют по две электрофореграммы в условиях, при которых была проведена градуировка прибора.

Пример электрофореграммы подготовленной пробы приведен в приложении А, рисунок А.2.

На полученных электрофореграммах проверяют правильность автоматической разметки пика и при необходимости корректируют ее. Используя программное обеспечение, проводят идентификацию хинина по совпадению времен миграции в анализируемом и контрольном растворах при ширине окна идентификации не более 5 %.

Если хинин обнаружен, то вычисляют его массовую концентрацию в подготовленной пробе для каждого ввода ($C_{пр\,1}$ и $C_{пр\,2}$, мг/дм^3), используя действующую на данный момент градуировочную характеристику по 8.5.1, и проверяют выполнение условия (3) для значений $C_{пр\,1}$ и $C_{пр\,2}$. Если это условие

выполняется, то среднее арифметическое полученных значений ($\bar{C}_{пр}$, мг/дм^3) принимают за результат измерений массовой концентрации хинина в подготовленной по 9.1 пробе. При невыполнении этого условия находят и устраняют причины нестабильности, после чего ввод подготовленной пробы повторяют.

Если измеренное значение массовой концентрации хинина превышает верхний предел диапазона градуировочной характеристики, то анализируемый раствор дополнительно разбавляют водой для анализа и повторяют регистрацию электрофореграммы. Коэффициент разбавления Q_2 в этом случае вычисляют по формуле:

$$Q_2 = \frac{V_к}{V_а}, \quad (5)$$

где $V_к$ — объем колбы, см^3;

$V_а$ — объем аликвоты пробы, см^3.

Примечания

1 В случае сомнений для подтверждения идентификации хинина рекомендуется использовать метод добавок. В подготовленную пробу вводят добавку хинина таким образом, чтобы массовая концентрация добавки составила от 50 % до 150 % от предварительно измеренной в пробе. Увеличение высоты соответствующего пика подтверждает правильность идентификации.

2 При анализе проб напитков на электрофореграмме могут наблюдаться дополнительные пики, принадлежащие аскорбиновой кислоте, сорбиновой кислоте, бензойной кислоте, сахарину и их солям, ацесульфаму калия, кофеину и не мешающие определению хинина. Пример электрофореграммы приведен в приложении А, рисунок А.3.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую концентрацию хинина в пробе C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \bar{C}_{пр} \cdot Q_1 \cdot Q_2, \quad (6)$$

где $\bar{C}_{пр}$ — массовая концентрация хинина в пробе, вычисленная по 9.2, мг/дм^3;

Q_1 — коэффициент разбавления пробы по 9.1 (Q_1 = 2);

Q_2 — коэффициент дополнительного разбавления пробы по 9.2. Если дополнительное разбавление не проводили, то Q_2 = 1.

10.2 За результат определения массовой концентрации хинина в пробе принимают результат единичного измерения, вычисленный по формуле (6).

10.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R (см. таблицу 3):

$$\left|C_{1\,лаб} - C_{2\,лаб}\right| \le 0{,}01 \cdot C_{ср} \cdot R, \quad (7)$$

где $C_{1\,лаб}$ — результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$C_{2\,лаб}$ — результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$C_{ср}$ — среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3;

0,01 — коэффициент пересчета.

При невыполнении условия (7) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003, пункт 5.2.2, подпункт 5.3.2.2.

11 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Метрологические характеристики результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации хинина, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между результатами единичных измерений, полученными в разных лабораториях) R, %	Показатель точности (относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2)* $U_{отн}$, %
От 10 до 1000 включ.	17	12
* Установленные численные значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2 соответствуют границам относительной погрешности измерений ±δ, %, при доверительной вероятности P = 0,95.		

12 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003, раздел 6.

13 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе, который должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результат измерений массовой концентрации хинина представляют в виде: $C \pm U$, мг/дм^3, при этом U — значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности измерений с коэффициентом охвата 2), которое вычисляют по формуле

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн} \cdot C, \quad (8)$$

где C — результат измерений массовой концентрации хинина, вычисленный по 10.1, мг/дм^3;

$U_{отн}$ — значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности измерений при коэффициенте охвата 2), по таблице 3;

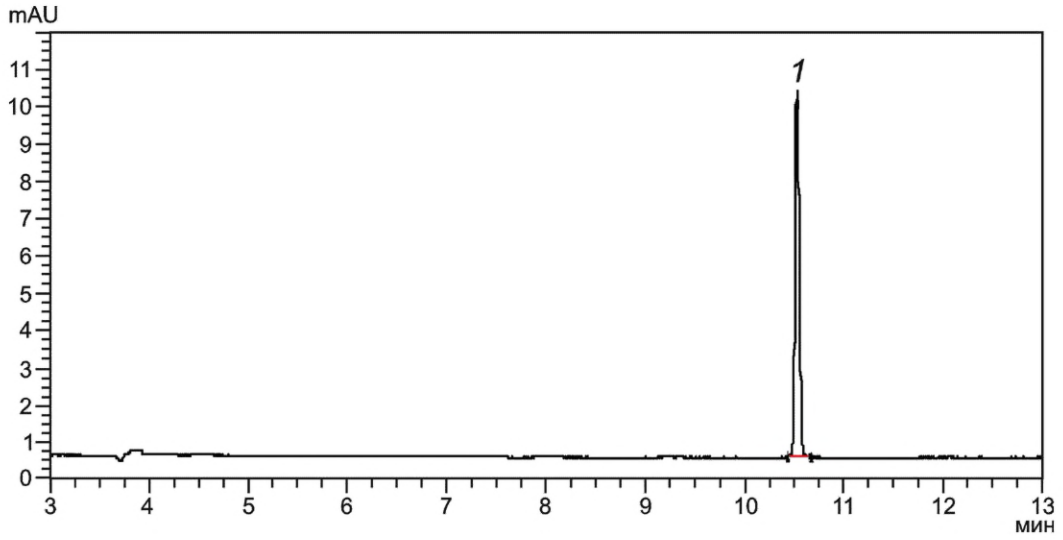
0,01 — коэффициент пересчета.

Результат измерений округляют до первого десятичного знака, если он не превышает 25 мг/дм^3 и до целого числа для больших значений. Численное значение показателя точности измерений, выраженное в мг/дм^3, должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и результат измерений.

Приложение А
(справочное)

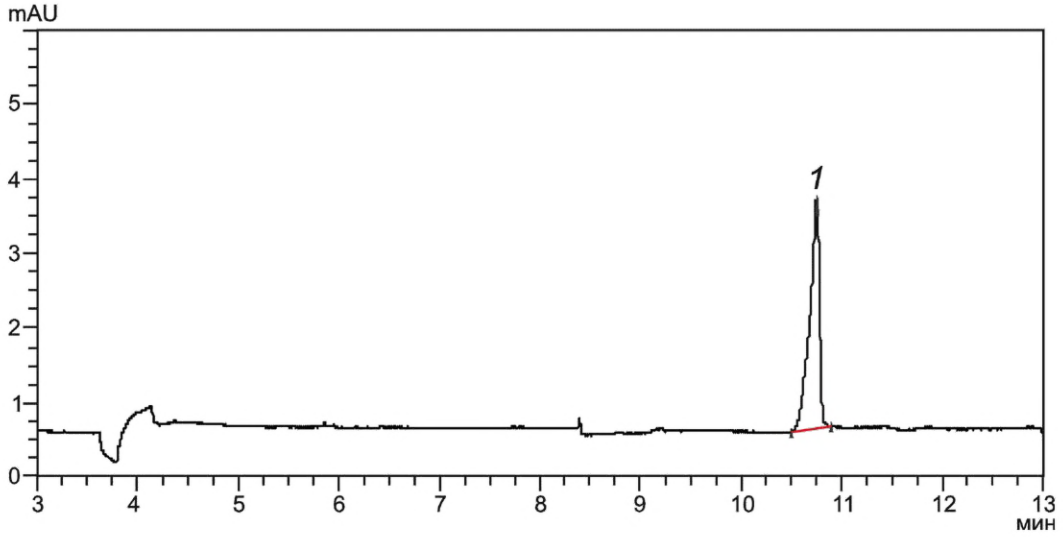
Примеры электрофореграмм

Примеры электрофореграмм приведены на рисунках А.1—А.3. Параметры регистрации электрофореграмм указаны в таблице А.1.



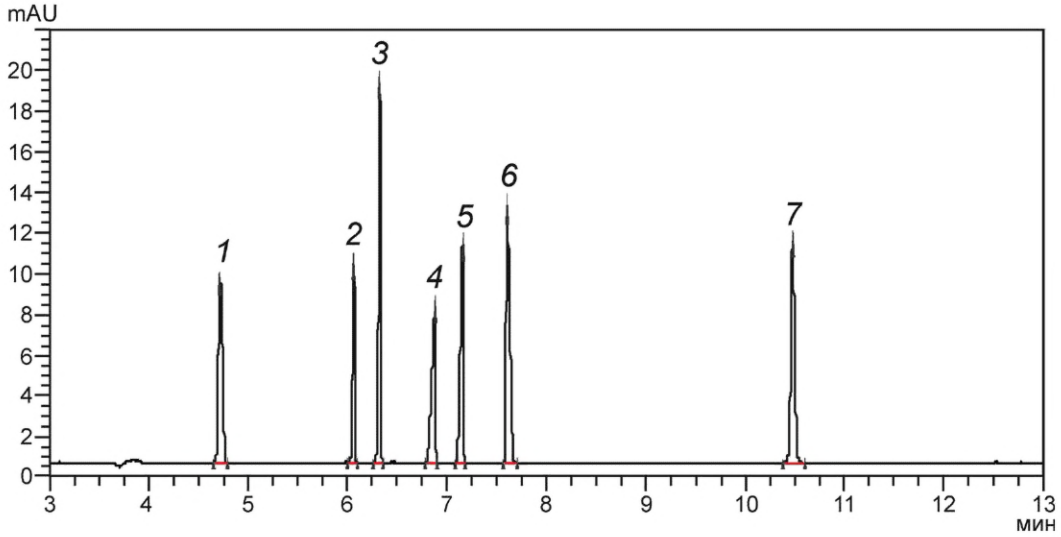
1 — хинин

Рисунок А.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора № 2



1 — хинин (70 мг/дм^3)

Рисунок А.2 — Электрофореграмма подготовленной пробы безалкогольного напитка



1 — кофеин; *2* — аскорбиновая кислота; *3* — сорбиновая кислота; *4* — бензойная кислота; *5* — сахарин; *6* — ацесульфам К; *7* — хинин

Рисунок А.3 — Электрофореграмма смеси кофеина, подсластителей, консервантов и хинина

Таблица А.1 — Параметры регистрации электрофореграмм

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	254
Температура, °С	20
Ввод пробы гидродинамический, мбар · с	150
Напряжение, кВ	25

УДК 663.2-663.8:006.354

МКС 67.160.10
67.160.20

Ключевые слова: алкогольные напитки, безалкогольные напитки, продукция алкогольная, продукция безалкогольная, хинин, капиллярный электрофорез

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.08.2021. Подписано в печать 03.08.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 34749—2021 Продукция алкогольная и безалкогольная. Метод определения массовой концентрации хинина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 5 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru