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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34847— 2022

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового сырья

Часть 3

Количественное определение фруктового сырья

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 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 29 апреля 2022 г. № 150-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июня 2022 г. № 450-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34847—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2023 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», 2022

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 3
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Определение массовой доли органических кислот методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием 3
7.1 Сущность метода 3
7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 3
7.3 Подготовка к проведению измерений 4
7.4 Проведение измерений 6
7.5 Обработка результатов 9
7.6 Контроль точности результатов измерений 9
8 Определение массовой доли макроэлементов методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием 10
8.1 Сущность метода 10
8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 10
8.3 Подготовка к проведению измерений 11
8.4 Проведение измерений 12
8.5 Обработка результатов 15
8.6 Контроль точности результатов измерений 16
9 Расчет массовой доли фруктового сырья 16
9.1 Сущность метода 16
Приложение А (справочное) Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора органических кислот 18
Приложение Б (справочное) Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов 19

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

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового сырья

Часть 3

Количественное определение фруктового сырья

Confectionery. Methods for determination of mass fraction of fruit raw materials. Part 3. Quantification of raw fruit

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, изготовленные с использованием фруктового, ягодного или фруктово-ягодного сырья (яблочного, сливового, абрикосового, персикового, вишневого, грушевого, черносмородинового), и устанавливает расчетный метод определения массовой доли фруктового сырья, основанный на результатах определения массовой доли органических кислот и массовой доли макроэлементов методом капиллярного электрофореза.

Диапазон измерения массовой доли фруктового сырья — от 0,8 % и выше. При использовании высушенного фруктового сырья массовая доля фруктового сырья в пересчете на яблочное пюре может составлять выше 100 %.

Метод может быть применен для определения массовой доли органических кислот в диапазоне измерений от 0,05 % до 1,00 % и макроэлементов в следующих диапазонах:

- для калия — от 0,005 % до 0,500 %;
- для магния — от 0,002 % до 0,200 %;
- для натрия — от 0,003 % до 0,300 %;
- для кальция — от 0,004 % до 0,300 %.

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 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

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

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

ГОСТ 3118 (СТ СЭВ 4276) Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5904 Изделия кондитерские. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10521 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 21240 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

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

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

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

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

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

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

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.

3 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление. . . . . от 93,3 до 107 кПа;
- относительная влажность воздуха. . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети. . . . . (220 ± 10) В;
- частота переменного тока в сети питания. . . . . (50 ± 1) Гц.

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.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

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

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

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалисты, имеющие опыт работы в химической лаборатории, освоившие методы проведения измерений, отбора проб и прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и по пожарной безопасности.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

7 Определение массовой доли органических кислот методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием

7.1 Сущность метода

Метод определения массовой доли органических кислот с использованием капиллярного электрофореза основан на миграции и разделении анионных форм анализируемых компонентов под действием электрического поля вследствие их различной электрофоретической подвижности.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Система капиллярного электрофореза с положительной полярностью источника высокого напряжения, оснащенная кварцевым капилляром (эффективная длина не менее 50 см), фотометрическим 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 ±0,5 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 pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,02 pH.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения ротора 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 жидкостной стеклянный с диапазоном измерений от 0 °С до 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 температур от 120 ºС до 200 ºС по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные для отбора и дозирования с регулируемым объемом дозирования от 1000 до 5000 мкл с относительной погрешностью дозирования ±1 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные для отбора и дозирования с регулируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл с относительной погрешностью дозирования ±2 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные для отбора и дозирования с регулируемым объемом дозирования от 5 до 50 мкл с относительной погрешностью дозирования ±3 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

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

Скальпель медицинский по ГОСТ 21240.

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.

Пробирки Эппендорфа вместимостью от 1,5 $см^3$ в соответствии с техническими характеристиками используемой системы капиллярного электрофореза.

Виалы стеклянные вместимостью 30 $см^3$ с герметично закрывающимися пластиковыми винтовыми крышками.

Пробирки центрифужные из полипропилена вместимостью 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.

Кислота бензойная, ч. д. а., по ГОСТ 10521.

Этилендиаминтетрауксусная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0 % ($C_{10}H_{16}N_2O_8$).

Диэтаноламин, массовая доля основного вещества не менее 99,7 % ($C_4H_{11}NO_2$).

Цетилтриметиламмония бромид, массовая доля основного вещества не менее 99,8 % ($C_{19}H_{42}BrN$).

Натрия гидроокись, х. ч., по ГОСТ 4328.

Кислота соляная, х. ч., по ГОСТ 3118.

Лимонная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,5 %.

Щавелевая кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0 % ($C_2H_2O_4$).

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

Яблочная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0 % ($C_4H_6O_5$).

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.

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией *c* (NaOH) = = 0,5 моль/$дм^3$ для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают (400 ± 50) $см^3$ дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 20,00 г гидроокиси натрия, взвешенного с точностью до второго знака после запятой. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала — не более 6 мес.

7.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией *c* (HCl) = 0,5 моль/$дм^3$ для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают (400 ± 50) $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 40 $см^3$ соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.3 Приготовление компонентов для буферного раствора

7.3.3.1 Приготовление раствора бензойной кислоты молярной концентрацией 20 ммоль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,244 г бензойной кислоты, взвешенной с точностью до третьего знака после запятой, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой.

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

7.3.3.2 Приготовление раствора диэтаноламина молярной концентрацией 20 ммоль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,210 г диэтаноламина, взвешенного с точностью до третьего знака после запятой, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 2 мес.

7.3.3.3 Приготовление раствора цетилтриметиламмония бромида молярной концентрацией 20 ммоль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,730 г цетилтриметиламмония бромида, взвешенного с точностью до третьего знака после запятой, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.3.4 Приготовление раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты молярной концентрацией 4 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,117 г этилендиаминтетрауксусной кислоты, взвешенной с точностью до третьего знака после запятой, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане, доводят объем до метки дистиллированной водой.

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

7.3.4 Приготовление буферного раствора

Для приготовления 20 см^3 буферного раствора в сухом стакане емкостью 50 см^3 смешивают 10 см^3 раствора бензойной кислоты по 7.3.3.1, 9 см^3 раствора диэтаноламина по 7.3.3.2, 0,5 см^3 раствора цетилтриметиламмония бромида по 7.3.3.3 и 0,5 см^3 раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты по 7.3.3.4 и перемешивают. Затем полученный буферный раствор фильтруют через мембранный фильтр в центрифужную пробирку, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин, после чего контролируют значение pH на pH-метре.

Готовый буферный раствор должен иметь значение pH (5,60 ± 0,02).

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 трех измерений. После проведения трех измерений буферный раствор в пробирке Эппендорфа заменяют на новую порцию раствора.

Примечание — Приготовленный буферный раствор содержит 10 ммоль/дм^3 бензойной кислоты, 9 ммоль/дм^3 диэтаноламина, 0,5 ммоль/дм^3 цетилтриметиламмония бромида и 0,1 ммоль/дм^3 этилендиаминтетрауксусной кислоты в 1 дм^3 буферного раствора.

7.3.5 Приготовление основных растворов органических кислот

7.3.5.1 Приготовление основного раствора щавелевой кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 0,010 г щавелевой кислоты с точностью до третьего знака после запятой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют (55 ± 5) см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

7.3.5.2 Приготовление основного раствора винной кислоты концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 0,010 г винной кислоты с точностью до третьего знака после запятой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют (55 ± 5) см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

7.3.5.3 Приготовление основного раствора яблочной кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 0,010 г яблочной кислоты с точностью до третьего знака после запятой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют (55 ± 5) см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

7.3.5.4 Приготовление основного раствора лимонной кислоты концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 0,010 г лимонной кислоты с точностью до третьего знака после запятой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют (55 ± 5) см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

7.3.6 Приготовление градуировочных растворов органических кислот

7.3.6.1 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 2 мг/дм^3

В пробирку Эппендорфа вместимостью от 1,5 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 0,02 см^3 основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 0,92 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.6.2 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 5 мг/дм^3

В пробирку Эппендорфа вместимостью от 1,5 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 0,05 см^3 основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 0,80 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.6.3 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 10 мг/дм^3

В пробирку Эппендорфа вместимостью от 1,5 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 0,10 см^3 основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 0,60 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.6.4 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 15 мг/дм^3

В пробирку Эппендорфа вместимостью от 1,5 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 0,15 мм^3 основных растворов щавелевой (см. 7.3.5.1), винной (см. 7.3.5.2), яблочной (см. 7.3.5.3) и лимонной (см. 7.3.5.4) кислот и 0,40 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед использованием.

7.3.7 Подготовка пробы

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

Среднюю пробу кондитерского изделия, отобранную в соответствии с разделом 6, измельчают скальпелем до размера частиц (3 ± 1) мм, а затем берут навеску массой 1 г, взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, помещают в виалу вместимостью 30 см^3, добавляют 25 см^3 дистиллированной воды и взбалтывают до получения однородной суспензии. Плотно закрывают крышкой и помещают в ультразвуковую баню.

Экстракцию органических кислот на ультразвуковой бане проводят:

- для пастильных изделий при температуре 65 °С в течение 45 мин с целью осаждения белковых веществ;
- для остальных кондитерских изделий при температуре 40 °С в течение 30 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.

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

При определении органических кислот проводят два измерения в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

7.4 Проведение измерений

7.4.1 Подготовка системы капиллярного электрофореза к измерениям

Для детектирования органических кислот используют косвенный метод при длине волны 235 нм. Капилляр с внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 см. Систему капиллярного электрофореза подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- рабочее напряжение — минус 17 кВ;

- рекомендуемая температура для анализа — 25 °С;
- длительность анализа — 7 мин;
- ввод пробы гидродинамический под давлением — 30 мбар · 5 с.

Примечания

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

2 Допускается проведение исследований при других рабочих параметрах, обеспечивающих получение результатов измерений в указанном диапазоне с установленными показателями точности (таблица 1).

7.4.2 Подготовка капилляра

7.4.2.1 Подготовка нового капилляра

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации системы капиллярного электрофореза. При отсутствии в руководстве (инструкции) указаний к подготовке нового капилляра его последовательно промывают: дистиллированной водой — 10 мин, раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 7.3.2 — 30 мин, дистиллированной водой — 10 мин, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 7.3.1 — 30 мин, дистиллированной водой — 10 мин и буферным раствором по 7.3.4 — 30 мин.

7.4.2.2 Подготовка капилляра к работе

Перед измерением подготавливают капилляр к работе, промывая его раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 (см. 7.3.1) в течение 4 мин (давление ввода 1000 мбар), затем буферным раствором (см. 7.3.4) 6 мин (давление ввода 1000 мбар).

Капилляр промывают каждый раз при включении прибора.

7.4.2.3 Промывка капилляра между измерениями

Между измерениями капилляр промывают аналогично 7.4.2.2.

7.4.2.4 Промывка капилляра в конце рабочего дня

После завершения измерений капилляр последовательно промывают: дистиллированной водой — 2 мин, раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 7.3.2 — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 7.3.1 — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки Эппендорфа с дистиллированной водой.

Примечание — При обнаружении на электрофореграммах дрейфа нулевой линии, ступеней и смещения времен миграции органических кислот 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 пробирках Эппендорфа на входе и на выходе свежими порциями.

7.4.2.5 Условия хранения капилляра

Если перерыв в работе составляет:

- не более 14 сут, то перед хранением капилляр последовательно промывают аналогично 7.4.2.4;
- более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают последовательно дистиллированной водой — 2 мин, раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 7.3.2 — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 7.3.1 — 5 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 7.4.2.1.

7.4.3 Градуировка прибора

7.4.3.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку прибора проводят, используя градуировочные растворы смеси органических кислот, приготовленные по 7.3.6, при заданных рабочих параметрах прибора по 7.4.1. При этом непосредственно перед измерениями подготавливают капилляр к работе по 7.4.2.2. Градуировочные растворы органических кислот анализируют в порядке возрастания их массовых концентраций. Для каждого градуировочного раствора регистрируют по две электрофореграммы. Пример электрофореграммы представлен на рисунке А.1 приложения А.

Примечание — Если на электрофореграмме градуировочной смеси наблюдается плохое разделение органических кислот, то в буферный раствор необходимо добавить 0,03 см^3 раствора бензойной кислоты (см. 7.3.3.1). Необходимо добавлять раствор бензойной кислоты до получения электрофореграммы с хорошо поделившимися пиками.

Обрабатывают электрофореграммы согласно процедуре градуировки в соответствии с программным обеспечением прибора.

Устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости оптического поглощения соответствующей кислоты от ее массовой концентрации в градуировочном растворе смеси кислот, которая должна проходить через 0, вычисляют коэффициент корреляции с помощью программного обеспечения.

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. 7.4.1), а также при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 7.4.3.2) градуировку прибора проводят заново.

7.4.3.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют перед началом анализа проб после промывания капилляра в соответствии с 7.4.2.2, используя в качестве контрольного образца градуировочный раствор, содержащий определяемые органические кислоты в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (см. 7.3.6.3).

Контрольную пробу анализируют при заданных параметрах прибора по 7.4.1. Используя градуировочную характеристику (см. 7.4.3.1), устанавливают значение массовой концентрации определяемой органической кислоты в контрольном образце $C_к$, мг/дм^3.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

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

где $C_к$ — измеренное значение массовой концентрации определяемой органической кислоты, мг/дм^3;

C_0 — действительное значение массовой концентрации определяемой органической кислоты в контрольном растворе, использованном для контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм^3;

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

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

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

7.4.4 Порядок выполнения измерений

7.4.4.1 Промывают капилляр в соответствии с требованиями 7.4.2.3.

7.4.4.2 Приготовленный водный экстракт пробы по 7.3.7 разводят в пробирке Эппендорфа вместимостью от 1,5 см^3, для этого в пробирку Эппендорфа пипеточным дозатором помещают 90 мм^3 экстракта и 810 мм^3 дистиллированной воды, перемешивают. У пробирки Эппендорфа отрезают крышку. Пробирку помещают в систему капиллярного электрофореза и определяют массовую долю органических кислот на приборе при условиях, указанных в 7.4.1.

На электрофореграмме идентифицируют определяемые органические кислоты, сравнивая с электрофореграммой градуировочного раствора 7.4.3.1 по времени миграции. Определяют оптическое поглощение для каждой определяемой органической кислоты из электрофореграммы. Рассчитывают массовые концентрации обнаруженных органических кислот с помощью программного обеспечения прибора, учитывая 10-кратное разбавление в пробирке Эппендорфа.

7.4.4.3 При сомнении в идентификации кислоты используют метод добавок.

В пробирку Эппендорфа с анализируемым водным экстрактом пробы пипеточным дозатором добавляют 0,10 см^3 основного раствора определяемой кислоты. Пробирку Эппендорфа помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят анализ при условиях, указанных в 7.4.1.

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

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Массовую долю определяемой органической кислоты в кондитерских изделиях C, %, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_э \cdot V}{m \cdot 10\,000}, \quad (3)$$

где $C_э$ — массовая концентрация определяемой органической кислоты в водном экстракте пробы, мг/дм^3;

V — объем воды, взятый для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3 (V = 25 см^3);

m — масса анализируемой пробы, г;

10 000 — коэффициент пересчета, учитывающий переход от содержания органических кислот в мг/дм^3 к содержанию органических кислот в %.

7.5.2 Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли органических кислот в кондитерских изделиях принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

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

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

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

$C_{ср}$ — среднее арифметическое C_1 и C_2, %.

7.5.3 Результат определения массовой доли органических кислот представляют в виде

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

где $C_{ср}$ — среднее арифметическое двух параллельных определений массовой доли органических кислот, %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения массовой доли органических кислот, %, которое рассчитывается по формуле

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

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

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 определения массовой доли органических кислот

Диапазон измерений массовой доли органических кислот, %	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), P = 0,95, ± δ, %
От 0,05 до 1,00	13	20	14

7.6 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—2003 (подраздел 6.2).

8 Определение массовой доли макроэлементов методом капиллярного электрофореза с фотометрическим детектированием

8.1 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.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Система капиллярного электрофореза с источником высокого напряжения положительной полярности, оснащенная кварцевым капилляром (эффективная длина не менее 50 см), фотометрическим 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 ±0,5 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 pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,02 pH.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения ротора 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 жидкостной стеклянный с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С с пределом допускаемой погрешности ±2 °С по ГОСТ 28498.

Аквадистиллятор.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температур от 120 ºС до 200 ºС по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные для отбора и дозирования с регулируемым объемом дозирования от 1000 до 5000 мкл с относительной погрешностью дозирования ±1 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные для отбора и дозирования с регулируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл с относительной погрешностью дозирования ±2 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные для отбора и дозирования с регулируемым объемом дозирования от 5 до 50 мкл с относительной погрешностью дозирования ±3 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

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

Колбы мерные 2-100-1, 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.

Палочки стеклянные.

Воронки ВФ-1-56 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки Эппендорфа вместимостью от 1,5 $см^3$ в соответствии с техническими характеристиками используемой системы капиллярного электрофореза.

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

Пробирки центрифужные из полипропилена вместимостью 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): ГСО 7473-98 состава раствора ионов калия, ГСО 7475-98 состава раствора ионов кальция, ГСО 7681-99 состава водного раствора ионов магния,

ГСО 7474-98 состава раствора ионов натрия массовой концентрации 1 г/дм^3 с допускаемой относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1 %.

Натрия гидроокись, х. ч., по ГОСТ 4328.

Кислота соляная, х. ч., по ГОСТ 3118.

Кислота винная, 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.

8.3 Подготовка к проведению измерений

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (400 ± 50) см^3 дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 20,00 г гидроокиси натрия, взвешенной с точностью до второго знака после запятой. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (400 ± 50) см^3 дистиллированной воды, добавляют 40 см^3 соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — до изменения внешнего вида.

8.3.3 Приготовление компонентов для буферного раствора

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,473 г бензимидазола, взвешенного с точностью до третьего знака после запятой, 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.

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,30 г винной кислоты, взвешенной с точностью до второго знака после запятой, 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.

8.3.3.3 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, взвешенного с точностью до третьего знака после запятой, 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.

8.3.4 Приготовление буферного раствора

Для приготовления 20 см^3 буферного раствора в сухую емкость приливают 5 см^3 раствора бензимидазола (см. 8.3.3.1), 5 см^3 раствора винной кислоты (см. 8.3.3.2), 2,0 см^3 раствора 18-Краун-6 (см. 8.3.3.3) 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 ± 0,02).

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 пробирке Эппендорфа 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 буферного раствора.

8.3.5 Приготовление градуировочных растворов смеси макроэлементов

8.3.5.1 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 полимерного материала при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 мес.

8.3.5.2 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. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

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

8.3.5.3 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. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

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

8.3.5.4 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. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

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

8.3.5.5 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. 8.3.5.1), доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки.

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

8.3.6 Подготовка пробы

Для кондитерских изделий (мармелад, желейные конфеты, карамель с фруктовой начинкой, пастильные изделия) готовят водный раствор.

Среднюю пробу кондитерского изделия, отобранную в соответствии с разделом 6, измельчают скальпелем до размера частиц (3 ± 1) мм, а затем берут навеску массой 1 г, взвешивают с точностью 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.

Экстракцию макроэлементов проводят на ультразвуковой бане:

- для пастильных изделий 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.

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

При определении макроэлементов проводят два измерения в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14).

8.4 Проведение измерений

8.4.1 Подготовка системы капиллярного электрофореза к измерениям

Для детектирования макроэлементов используют косвенный метод при длине волны 254 нм. Капилляр с внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 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 — 12 мин;
- ввод пробы гидродинамический под давлением — 30 мбар · 5с.

Примечания

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

2 Допускается проведение исследований при других рабочих параметрах, обеспечивающих получение результатов измерений в диапазонах и с установленными показателями точности (таблица 2).

8.4.2 Подготовка капилляра

8.4.2.1 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 соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 8.3.2 в течение 30 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 8.3.1 в течение 30 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин и буферным раствором по 8.3.4 в течение 30 мин.

8.4.2.2 Подготовка капилляра к работе

Перед измерением подготавливают капилляр к работе, промывая его раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 (см. 8.3.1) в течение 5 мин (давление ввода 1000 мбар), дистиллированной водой в течение 5 мин (давление ввода 1000 мбар), затем буферным раствором (см. 8.3.4) в течение 8 мин (давление ввода 1000 мбар).

Капилляр промывают каждый раз при включении прибора.

8.4.2.3 Промывка капилляра между измерениями

Между измерениями капилляр промывают аналогично 8.4.2.2.

8.4.2.4 Промывка капилляра в конце рабочего дня

После завершения измерений капилляр последовательно промывают: дистиллированной водой — 2 мин, раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 8.3.2 — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 8.3.1 — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки Эппендорфа 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 пробирках Эппендорфа на входе и на выходе свежими порциями.

8.4.2.5 Условия хранения капилляра

Если перерыв в работе составляет:

- не более 14 сут, то перед хранением капилляр последовательно промывают аналогично 8.4.2.4;
- более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают последовательно дистиллированной водой — 2 мин, раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 8.3.2 — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин, раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3 по 8.3.1 — 5 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, затем капилляр продувают воздухом в течение 10 мин. Хранят капилляр в сухом состоянии, при этом перед использованием его подготавливают к работе по 8.4.2.1.

8.4.3 Градуировка прибора

8.4.3.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку прибора проводят, используя градуировочные растворы смеси макроэлементов, приготовленные по 8.3.5, при заданных рабочих параметрах прибора по 8.4.1. При этом непосредственно перед измерениями подготавливают капилляр к работе по 8.4.2.2. Устанавливают в прибор градуировочные растворы смеси макроэлементов и анализируют их в порядке возрастания массовой концентрации. Для каждого градуировочного раствора регистрируют по две электрофореграммы. Пример

электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов представлен на рисунке Б.1 приложения Б.

Обрабатывают электрофореграммы согласно процедуре градуировки в соответствии с Руководством пользователя программного обеспечения прибора.

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, и вычисляют коэффициент корреляции с помощью программного обеспечения.

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. 8.4.1), а также при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.4.3.2) градуировку прибора проводят заново.

8.4.3.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют перед началом анализа проб после промывания капилляра в соответствии с 8.4.2.2, используя в качестве контрольного образца раствор, содержащий определяемые макроэлементы в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (см. 8.3.5.5).

Контрольную пробу анализируют при заданных параметрах прибора по 8.4.1.

Используя градуировочную характеристику (см. 8.4.3.1), устанавливают значение массовой концентрации определяемого макроэлемента в контрольном образце $C_к$, мг/дм^3.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$|C_к - C_0| \le 0{,}01 \cdot G \cdot C_0, \quad (7)$$

где $C_к$ — установленное значение массовой концентрации определяемого 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

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

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

8.4.4 Порядок выполнения измерений

8.4.4.1 Промывают капилляр в соответствии с требованиями 8.4.2.3.

8.4.4.2 В пробирку Эппендорфа вместимостью от 1,5 см^3 помещают пипеточным дозатором 0,9 см^3 экстракта пробы, приготовленного по 8.3.6. У пробирки Эппендорфа отрезают крышку. Пробирку помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят измерения при условиях, указанных в 8.4.1.

На полученной электрофореграмме проверяют правильность автоматической разметки пиков и, если необходимо, корректируют ее. Используя программное обеспечение, проводят идентификацию макроэлементов в экстракте пробы по совпадению времени миграции макроэлементов в экстракте пробы и градуировочной смеси при ширине окна идентификации 5 %.

Рассчитывают массовые концентрации обнаруженных макроэлементов с использованием градуировочной характеристики, установленной по 8.4.3.1, с помощью программного обеспечения прибора.

8.4.4.3 При сомнении в идентификации макроэлемента используют метод добавок.

В пробирку Эппендорфа с анализируемым водным экстрактом пробы пипеточным дозатором добавляют 0,015 см^3 ГСО водного раствора предполагаемого макроэлемента. Пробирку Эппендорфа помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят анализ при условиях, указанных в 8.4.1.

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

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю определяемого макроэлемента в кондитерских изделиях C, %, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_э \cdot V}{m \cdot 10\,000}, \quad (9)$$

где $C_э$ — массовая концентрация определяемого макроэлемента в водном экстракте пробы, мг/дм^3;

V — объем воды, взятый для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3 (V = 50 см^3);

m — масса анализируемой пробы, г;

10 000 — коэффициент пересчета от содержания макроэлементов в мг/дм^3 к массовой доле макроэлементов в %.

8.5.2 За окончательный результат определения массовой доли конкретного макроэлемента в кондитерских изделиях принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$|C_1 - C_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot C_{ср}, \quad (10)$$

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

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 2, %;

$C_{ср}$ — среднее арифметическое двух параллельных определений массовой доли макроэлемента, %.

8.5.3 Результат определения содержания определяемого макроэлемента представляют в виде

$$(C_{ср} \pm \Delta)\ \%\ при\ P = 0{,}95, \quad (11)$$

где $C_{ср}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений массовой доли макроэлемента, %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения массовой доли макроэлементов, %, которое рассчитывается по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot C_{ср}, \quad (12)$$

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

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 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики определения макроэлементов

Наименование макроэлемента	Диапазон измерений массовой доли макроэлемента, %	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), P = 0,95, ± δ, %
Калий	0,005—0,500	4	7	5
Магний	0,002—0,250	22	34	24
Натрий	0,003—0,300	4	8	6
Кальций	0,004—0,300	16	26	18

При возникновении разногласий в оценке качестве продукции за окончательный результат принимают среднее арифметическое не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

8.6 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—2003 (подраздел 6.2).

9 Расчет массовой доли фруктового сырья

9.1 Сущность метода

Метод определения массовой доли фруктового сырья основан на определении массовых долей яблочной кислоты, калия и магния в исследуемых образцах кондитерских изделий или используемого фруктового (ягодного) сырья и последующем расчете массовой доли фруктового сырья. Если количество яблочной кислоты и/или суммы калия и магния равно нулю, то фруктовое сырье в изделии отсутствует и расчет массовой доли фруктового сырья не проводится.

9.2 Определение массовой доли яблочной кислоты в изделии осуществляют по 7.

9.3 Массовую долю калия и массовую долю магния в изделии определяют по 8.

9.4 Расчет массовой доли фруктового сырья в изделиях возможен только при одновременном присутствии в исследуемых образцах калия, магния и яблочной кислоты.

При исследовании фруктового (ягодного) сырья и/или овощного сырья, не входящего в область применения данного стандарта, расчет массовой доли фруктового сырья также не проводится.

9.5 Для обеспечения заданного количества фруктового сырья в кондитерских изделиях рекомендуется осуществлять входной контроль фруктового сырья по содержанию яблочной кислоты, калия и магния.

Массовая доля яблочной кислоты во фруктовом (ягодном) сырье приемлемого качества должна быть не менее 0,38 %, а массовая доля суммы калия и магния — не менее 0,12 %.

9.6 Массовую долю фруктового сырья в изделиях в пересчете на яблочное пюре $М_{фр.с}$, %, рассчитывают по формуле

$$М_{фр.с} = 197 \cdot П_я + 210 \cdot П_м, \quad (13)$$

где $П_я$ — массовая доля яблочной кислоты в изделии, %;

197 — константа критерия яблочной кислоты;

210 — константа критерия суммы калия и магния;

$П_м$ — массовая доля суммы калия и магния в изделии, %, которая рассчитывается по формуле

$$П_м = C_K + C_{Mg}, \quad (14)$$

где C_K — массовая доля калия в изделии, %;

C_{Mg} — массовая доля магния в изделии, %.

Массовая доля фруктового сырья в продукте должна быть в соответствии с расчетным содержанием по рецептуре с учетом допускаемых отклонений, указанных в рецептурах кондитерских изделий или технологических инструкциях.

9.7 Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

9.8 Результат вычислений массовой доли фруктового сырья представляют в виде

$$(М_{фр.с.} \pm \Delta)\ \%\ \text{при}\ P = 0{,}95, \quad (15)$$

где $М_{фр.с}$ — массовая доля фруктового сырья в изделии в пересчете на яблочное пюре, %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения массовой доли фруктового сырья, %, которое рассчитывается по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot М_{фр.с}, \quad (16)$$

где δ — границы относительной погрешности, % (см. таблицу 3).

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

Настоящий метод обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости при $P = 0{,}95$, приведенными в таблице 3.

Таблица 3 — Метрологические характеристики определения массовой доли фруктового сырья

Диапазон измерений массовой доли фруктового сырья, %	Предел повторяемости (сходимости) (n = 2), P = 0,95, $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (m = 2), P = 0,95, $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), P = 0,95, ±δ, %
0,8 и выше	12	20	14

Приложение А
(справочное)

Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора органических кислот

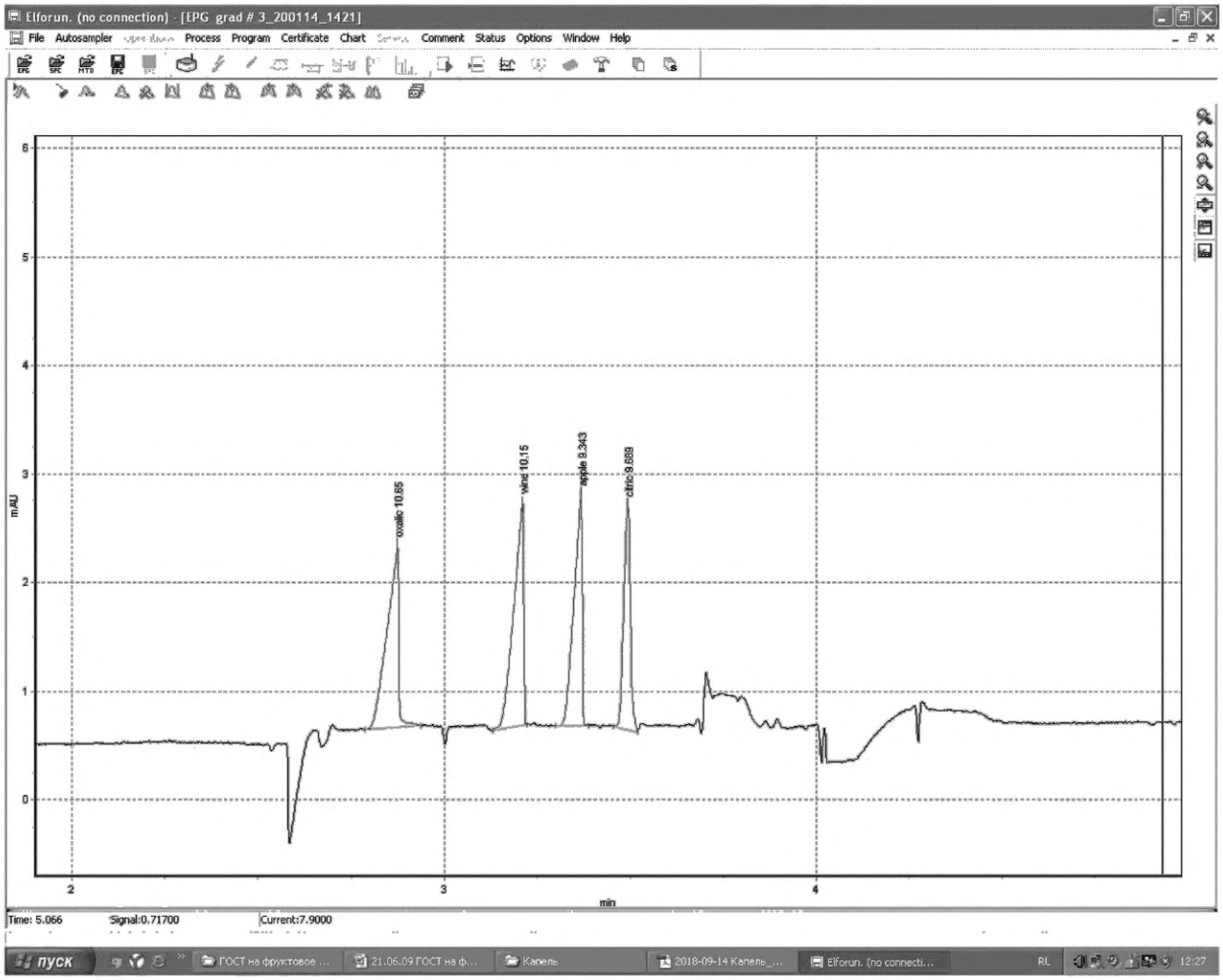

Рисунок А.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора смеси органических кислот концентрацией каждой кислоты 10 мг/дм^3

Приложение Б
(справочное)

Пример типовой электрофореграммы градуировочного раствора смеси макроэлементов

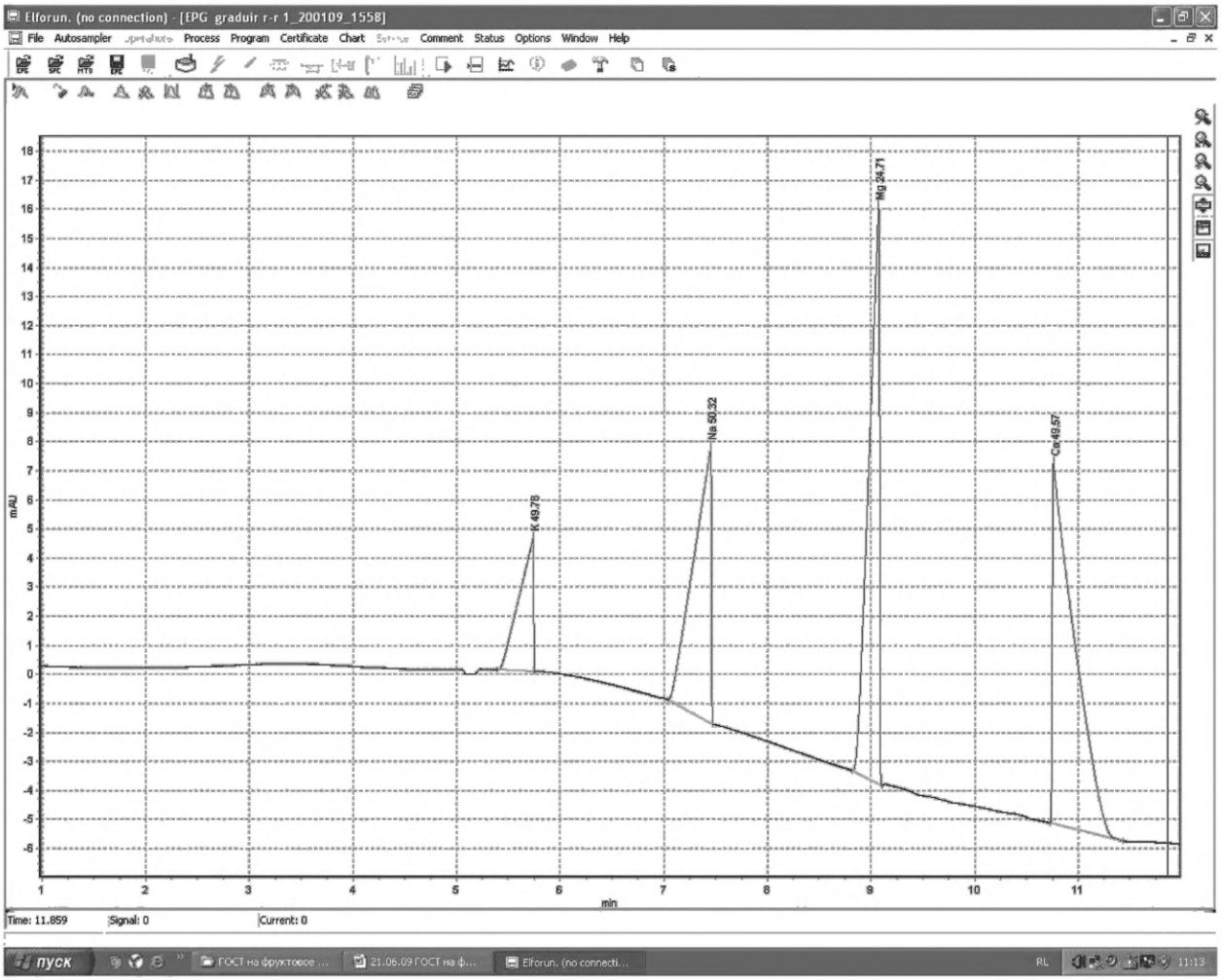

Рисунок Б.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора смеси макроэлементов

УДК 664.14:543.06:006.35 МКС 67.180.10

Ключевые слова: кондитерские изделия, массовая доля фруктового сырья, фруктовое сырье, органические кислоты, макроэлементы, мармелад, пастильные изделия, капиллярный электрофорез

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.06.2022. Подписано в печать 16.06.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51.

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

gost.e-ecolog.ru