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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34882— 2022

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Количественное определение консервантов (бензойной и сорбиновой кислот и их солей) в комплексных пищевых добавках хроматографическим методом

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 пищевых добавок — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем имени В.М. Горбатова» РАН (ВНИИПД — 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 31 августа 2022 г. № 153-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 сентября 2022 г. № 947-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34882—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

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

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Количественное определение консервантов (бензойной и сорбиновой кислот и их солей) в комплексных пищевых добавках хроматографическим методом

Food additives. Quantitative determination of preservatives (benzoic and sorbic acids and their salts) in complex food additives by chromatographic method

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комплексные пищевые добавки, содержащие в своем составе бензойную и сорбиновую кислоты и/или их соли, и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для измерения их массовой доли в диапазоне от 0,005 % до 100 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Издание официальное

ГОСТ 5962* Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709** Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10521 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 32779 Добавки пищевые. Кислота сорбиновая Е 200. Технические условия

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

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

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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 Сущность метода

Метод основан на разделении бензойной и сорбиновой кислот на аналитических обращенно-фазовых хроматографических колонках, заполненных сорбентом С18. Детектирование разделенных консервантов осуществляют с помощью спектрофотометрического детектора или диодно-матричного детектора на длинах волн 227 нм и 260 нм.

Идентификацию бензойной и сорбиновой кислот в пробе пищевых добавок проводят путем сравнения времен удерживания и спектров поглощения (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Длины волн детектирования бензойной и сорбиновой кислот

Наименование консерванта	Длина волны детектирования, нм
Бензойная кислота	227
Сорбиновая кислота	260

4 Требования безопасности

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

---

* В Российской Федерации действует также ГОСТ Р 51999—2002 «Спирт этиловый синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

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

4.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ 12.1.019.

4.4 Организация обучения работающих требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Хроматограф жидкостный, снабженный спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения в диапазоне длин волн от 190 до 600 нм, либо диодно-матричным детектором, позволяющим проводить измерения в диапазоне длин волн от 190 до 600 нм, снабженный программным обеспечением для сбора и обработки хроматографических данных. Требования к метрологическим характеристикам хроматографа приведены в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 — Характеристики входящего сигнала хроматографа со спектрофотометрическим детектором

Относительное среднеквадратичное отклонение выходного сигнала, %, не более			
по площади пика	по высоте пика	по времени удерживания	по площади сигнала за 8 ч непрерывной работы
3	3	1,0	4

Таблица 3 — Характеристики входящего сигнала хроматографа с диодно-матричным детектором

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, е. о. п., не более	Значение дрейфа нулевого сигнала, е. о. п · час, не более	Относительное среднеквадратичное отклонение выходных сигналов, %, не более		Относительное изменение выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы, %, не более	
		Время удерживания	Площадь сигнала	Время удерживания	Площадь сигнала
$1,5 \cdot 10^{-5}$	1,5 КГ^3	0,3	1,0	2,0	2,0

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами абсолютной допускаемой погрешности в эксплуатации ±0,001 г.

Весы утвержденного типа, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0002 г.

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

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-го класса точности любого исполнения вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Стаканы любого типа исполнения 1 вместимостью 50, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Пробирки для центрифугирования вместимостью 50 см^3.

Фильтры мембранные с размером пор 0,45 мкм из политетрафторэтилена (ФМПТФЭ) — фторопласт.

Пробирки для центрифугирования вместимостью 20 см^3.

Микрошприц вместимостью 250 мм^3 (для ручного ввода пробы).

Центрифуга, обеспечивающая не менее 12 000 об/мин.

Колонка хроматографическая (250 × 4,6 мм, 5 мкм), заполненная обращенно-фазовым сорбентом С18, снабженная защитной предколонкой, например, GL sciences Inertsil ODS-3/ODS-3V column.

Виалы стеклянные вместимостью 2 см^3.

Ступка и пестик лабораторные.

Иономер (pH-метр) с пределом абсолютной погрешности измерений ±0,1 ед. pH.

Ванна ультразвуковая с регулируемой температурой термостата в диапазоне от 20 °С до 80 °С, объемом не менее 200 см^3, мощностью не менее 100 Вт.

Холодильник бытовой.

Кислота сорбиновая по ГОСТ 32779 или сорбат калия с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521, ч., или бензоат натрия с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч. ледяная.

Ацетонитрил для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Спирт этиловый по ГОСТ 5962, высшей очистки.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных оборудования и устройств, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

Все поверяемое оборудование должно быть поверено в установленном порядке.

6 Подготовка к проведению анализа

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы комплексных пищевых добавок и технологических вспомогательных средств из разных мест каждой упаковочной единицы, предоставленной на контроль, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 10 г.

Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материалов, инертных к солям бензойной и сорбиновой кислот, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на 3/4 глубины.

Для получения суммарной пробы мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы — не менее 100 г.

6.1.2 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую сухую плотно закрывающуюся стеклянную или полиэтиленовую емкость.

Емкость с первой частью суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевых ацетатов натрия.

6.1.3 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование комплексной пищевой добавки;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- фамилии лиц, проводивших отбор пробы.

6.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 75 %.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6.3 Требования к квалификации оператора

К выполнению и обработке результатов анализа допускают специалиста, имеющего химическое образование не ниже среднего технического и опыт работы в химической лаборатории, владеющего

техникой выполнения анализов, освоившего настоящую методику, прошедшего обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

6.4 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей кислород

Дистиллированную воду, не содержащую кислород, готовят по ГОСТ 4517—2016 (подраздел 4.37) и используют свежеприготовленную.

6.5 Приготовление рабочих растворов

6.5.1 Приготовление раствора уксуснокислого аммония молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 с pH 4,2 (подвижная фаза Б)

(0,770 ± 0,001) г уксуснокислого аммония взвешивают в стакане вместимостью 100 см^3, растворяют в приблизительно 80 см^3 дистиллированной воды, не содержащей кислород, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор переносят в мерный стакан вместимостью 1000 см^3 и доводят pH до значения 4,2 ед. pH ледяной уксусной кислотой, регистрируя показания иономером. Полученный раствор дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин с последующей фильтрацией через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Раствор используют в течение трех дней при условии визуального отсутствия нерастворимых веществ. Перед использованием элюента в последующие дни его предварительно дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин с последующей фильтрацией через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Для хроматографов оснащенных системой дегазации дополнительная дегазация подвижной фазы не требуется.

Подвижную фазу приготавливают в объеме, необходимом для проведения серии измерений.

6.5.2 Подготовка ацетонитрила (подвижная фаза А)

Перед использованием элюента его предварительно дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин. Для хроматографов, оснащенных системой дегазации, дополнительная дегазация подвижной фазы не требуется.

Подвижную фазу приготавливают в объеме, необходимом для проведения серии измерений.

6.5.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 М) в этаноле

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 М) готовят по ГОСТ 25794.1—83 (подраздел 2.1) с заменой воды на этанол.

Раствор хранят в стеклянных бутылках в условиях по 7.2 — не более 6 мес. Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.1—83 (пункт 2.1.3) и проверяют не реже одного раза в месяц.

6.6 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы консервантов готовят в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — Приготовление градуировочных растворов

Номер градуировочного раствора	Компонент	Вместимость мерной колбы, см^3	Способ приготовления	Массовая концентрация, мкг/см^3
6	Бензойная кислота Сорбиновая кислота	100	Взвешивают (0,0320 ± 0,0001) г каждого из реактивов в стакане вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 ацетонитрила, количественно переносят в мерную колбу и доводят до 100 см^3 дистиллированной водой	320
5	Бензойная кислота Сорбиновая кислота	50	В мерную колбу приливают 25 см^3 раствора 6. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают	160

Окончание таблицы 4

Номер градуировочного раствора	Компонент	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Способ приготовления	Массовая концентрация, $мкг/см^3$
4	Бензойная кислота Сорбиновая кислота	50	В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 5. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают	80
3	Бензойная кислота Сорбиновая кислота	50	В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 4. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают	40
2	Бензойная кислота Сорбиновая кислота	50	В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 3. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают	20
1	Бензойная кислота Сорбиновая кислота	50	В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 2. Доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают	10

Раствор 4 рекомендуется использовать в качестве одного из контрольных растворов при ежедневных измерениях.

Срок хранения раствора 4 — не более трех дней при температуре (20 ± 5) °С или не более 1 мес при температуре от 2 °С до 5 °С.

Растворы 1, 2, 3, 5 и 6 используют свежеприготовленными.

6.7 Подготовка хроматографа к работе

Включение и подготовку хроматографа к работе, а также выключение хроматографа по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

6.8 Условия хроматографического анализа

При проведении хроматографического анализа создают и поддерживают следующие условия проведения:

- температура колонки — температура окружающей среды;
- рабочая длина волн спектрофотометрического детектора — 227 нм и 260 нм или диапазон длин волн для диодно-матричного детектора — от 190 до 600 нм, детектирование следует проводить на длине волн 227 нм и 260 нм соответственно;
- объем вводимой пробы — от 5 до 20 $мм^3$;
- режим элюирования — изократический: А:В — 30:70, скорость потока — 1,0 $см^3$/мин.

Допускается изменение скорости потока и параметров изократического режима в соответствии с указаниями изготовителя колонки.

6.9 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя программного обеспечения с использованием градуировочных растворов (см. 6.6). Регистрируют по две хроматограммы каждого градуировочного раствора, определяют площадь сигналов определяемых компонентов на хроматограммах градуировочных растворов и устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости площади сигнала соответствующего компонента S, отн. ед. и его массовой концентрации c, $мг/дм^3$.

$$c = k \cdot S, \quad (1)$$

где k — градуировочный коэффициент, мкг/см^3 · (отн. ед.)$^{-1}$;

S — площадь сигнала, отн. ед.;

c — массовая концентрация, мг/дм^3.

Градуировочный коэффициент k, мкг/см^3 · (отн. ед.)$^{-1}$, вычисляют с использованием программного обеспечения к хроматографу или по методу наименьших квадратов, принимая свободный член в уравнении регрессии равным нулю, по формуле

$$k = \frac{\sum (S_i \cdot c_i)}{\sum S_i^2}, \quad (2)$$

где S_i — площадь сигнала соответствующего консерванта при измерении i-го градуировочного раствора, отн. ед.;

c_i — массовая концентрация консерванта при измерении i-го градуировочного раствора, мкг/см^3.

Для каждого консерванта необходимо рассчитать коэффициент корреляции R^2 для градуировочной зависимости с помощью компьютерной системы сбора и обработки данных. Коэффициент корреляции R^2 считается приемлемым при значении не ниже 0,99.

Градуировку проводят при использовании новой партии применяемых консервантов, смене оборудования, колонок, условий хроматографического анализа или при выявлении несоответствий в ходе оперативного контроля качества измерений.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят, используя градуировочный раст-вор 4 перед проведением измерений.

Результаты контроля стабильности градуировочной характеристики признаются удовлетворительными при выполнении условия

$$|X_{изм} - C_{ст}| \le 0{,}01 \cdot G \cdot C_{ст}, \quad (3)$$

где $X_{изм}$ — результат измерения массовой концентрации консерванта в контрольных растворах, мкг/см^3;

$C_{ст}$ — фактическое значение массовой концентрации консерванта в контрольных растворах, мкг/см^3;

G — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

Во всем диапазоне градуировочной характеристики G = 4,5 %. Если условие (3) не выполняется, градуировочную характеристику устанавливают заново во всем диапазоне измерений.

7 Проведение измерений

7.1 Подготовка проб для измерений

Анализируемую пробу измельчают в ступке до однородного состояния. Навеску гомогенизированной пробы массой (1,000 ± 0,001) г взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака в центрифужной пробирке вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 0,5 М раствора соляной кислоты (HCl) в этаноле, тщательно встряхивают в течение 3 мин и помещают в УЗ-ванну на 30 мин при температуре 30 °С (мощность 160 Вт). После этого еще раз встряхивают в течение 3 мин и затем пробы центрифугируют при частоте вращения 11 000 мин$^{-1}$ в течение 15 мин с последующим отбором надосадочной жидкости в стеклянную виалу вместимостью 2 см^3. Для анализа готовят две параллельные пробы.

7.2 Регистрация хроматограмм и расчет массовой концентрации консервантов

7.2.1 Включение и вывод хроматографической системы на рабочий режим, включая кондиционирование колонки, проводят в соответствии с руководствами по эксплуатации оборудования.

7.2.2 Выключение хроматографической системы после выполнения измерений проводят в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством пользователя программно-аппаратным комплексом сбора и обработки данных.

7.2.3 Подготовленную по 7.1 пробу дозируют в хроматограф и регистрируют хроматограмму в тех же условиях, в которых были зарегистрированы хроматограммы градуировочных растворов (см. 6.6—6.8). На полученных хроматограммах идентифицируют сигналы определяемых компонентов по длине волны детектирования (см. таблицу 1) и совпадению времен удерживания в градуировочных растворах и пробах при ширине окна идентификации времен удерживания в 5 %. Используя значения площадей сигналов, вычисляют значения массовой концентрации идентифицированных консервантов, используя градуировочные характеристики, установленные по 6.9. В случае превышения вычисленной концентрации диапазона градуировки пробу необходимо разбавить этанолом в такое количество раз, которое позволит не выйти за границы диапазона массовых концентраций градуировки (позволит попасть в диапазон от 10 до 320 мкг/см^3).

8 Обработка результатов измерений

8.1 Вычисление массовой доли консервантов в пробе

Массовую долю сорбиновой и бензойной кислот в анализируемом образце ω, %, вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{C_{изм} \cdot 5 \cdot k}{1\,000\,000 \cdot m} \cdot 100, \quad (4)$$

где $C_{изм}$ — измеренное значение массовой концентрации соответствующего консерванта в пробе, мкг/см^3;

5 — объем раствора соляной кислоты в этаноле (приготовленного по 6.5.3) молярной концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 М), см^3;

k — коэффициент разбавления пробы по 7.2.3;

m — масса навески анализируемой пробы по 7.1, г;

1 000 000 — коэффициент пересчета массы навески m из г в мкг;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{\omega}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие предела повторяемости (см. таблицу 5).

Таблица 5 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Определяемый консервант	Диапазон измерения массовой концентрации (массовой доли), %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами единичных измерений, полученных в двух лабораториях) R, %
Бензойная кислота	От 0,005 до 100	5	10
Сорбиновая кислота			

8.2 Представление результатов анализа

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025. При этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт с указанием процедуры подготовки пробы.

Результаты измерений массовой доли консервантов представляют в виде

$$\bar{\omega} \pm \Delta_{\omega}, \quad (5)$$

где ω — массовая доля соответствующего вещества в пробе, % масс. (см. 8.1).

Δ_{ω} — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации консервантов при доверительной вероятности P = 0,95, %, вычисляемые по формуле

$$\Delta_{\omega} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \bar{\omega}, \quad (6)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений массовой концентрации консервантов (см. таблицу 6), %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение показателя точности измерений, вычисленное по формуле (6). Абсолютное значение показателя точности измерений представляют двумя значащими цифрами, если первая цифра не превышает трех. В остальных случаях оставляют одну значащую цифру.

Таблица 6 — Диапазон измерений, относительные значения показателей повторяемости, воспроизводимости, точности методики при доверительной вероятности P = 0,95

Определяемый консервант	Диапазон измерения массовой концентрации (массовой доли), %	Относительное стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости σ_R, %	Показатель точности измерений (границы относительной погрешности измерений при доверительной вероятности (P = 0,95*) ±δ, %
Бензойная кислота	От 0,005 до 100	2	4	9
Сорбиновая кислота				

* Численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2.

9 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).

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025.

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: комплексные пищевые добавки, сорбиновая кислота, бензойная кислота, хроматографический метод анализа, проведение анализа, обработка результатов

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

Сдано в набор 19.09.2022. Подписано в печать 22.09.2022. 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