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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 29032— 2022

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания 5-гидроксиметилфурфурола спектрофотометрическим методом

(ISO 7466:1986, NEQ)

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 ПОДГОТОВЛЕН Всероссийским научно-исследовательским институтом технологии консервирования — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИТеК — 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
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 сентября 2022 г. № 945-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 29032—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2022 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения международного стандарта ISO 7466:1986 «Продукты переработки фруктов и овощей. Определение содержания 5-гидроксиметилфурфурола (5-ОМФ)» («Fruit and vegetable products — Determination of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) content», NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 29032—91

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»

© ISO, 1986
© 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 Термины, определения и сокращения 2
4 Сущность метода 2
5 Отбор и подготовка проб 3
6 Условия проведения измерений 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы 3
8 Подготовка к выполнению измерений 4
9 Проведение измерений 5
10 Обработка и оформление результатов измерений 6
11 Контроль точности результатов измерений 7
12 Контроль качества результатов измерений в лаборатории 8
13 Требования безопасности 8
14 Требования к квалификации оператора 9
Библиография 10

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

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания 5-гидроксиметилфурфурола спектрофотометрическим методом

Fruit and vegetable products. Determination of 5-hydroxymethylfurfural content by spectrophotometric method

Дата введения — 2022—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки фруктов и овощей, в том числе соковую продукцию, и устанавливает метод определения 5-гидроксиметилфурфурола (5-ГМФ), образующегося в процессе тепловой обработки фруктов и овощей.

Диапазон измерений массовой доли 5-ГМФ — от 1 мг/кг до 50 мг/кг.

Примечание — 1 мг/кг соответствует 1 млн$^{-1}$ (или 0,0001 %). При необходимости пересчет из одних величин в другие проводят по ГОСТ 8.417.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.417 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

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 12.1.018 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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.9 Безопасность электротермического оборудования. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ 12.4.010 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия

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

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

Издание официальное

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

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания[1)]

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ EN 13196 Соки овощные и фруктовые. Определение содержания общего диоксида серы дистилляционным методом

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

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы. Основные параметры и размеры

ГОСТ 26313 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 25555.5 Продукты переработки фруктов и овощей. Методы определения диоксида серы

ГОСТ 26671 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

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

ГОСТ 32711 Продукты переработки фруктов и овощей. Определение общего диоксида серы ферментативным методом

ГОСТ 33276 Продукция соковая. Методы определения относительной плотности

ГОСТ 34128 Продукция соковая. Рефрактометрический метод определения массовой доли растворимых сухих веществ

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 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **массовая доля 5-ГМФ:** Содержание 5-ГМФ, определенное в соответствии с методом, установленным в настоящем стандарте, и выраженное в виде массовой доли, мг/кг.

3.2 Сокращение

В настоящем стандарте применено следующее сокращение:

5-ГМФ — 5-Гидроксиметилфурфурол (5-Hydroxymethyl-2-furaldehyde).

4 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного производного, полученного при взаимодействии 5-гидроксиметилфурфурола с п-толуидином и барбитуровой кислотой в водном растворе пробы продукта. Интенсивность окраски полученного раствора измеряют спектрофотометрически при длине вол-

[1)] В Российской Федерации действуют ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия», ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

ны 550 нм. Мешающее влияние диоксида серы устраняют добавлением ацетальдегида (при необходимости).

5 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка их к испытаниям — по ГОСТ 26671.

Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до заданного значения массовой доли растворимых сухих веществ в соответствии с ([1], приложение 2). Массовую долю растворимых сухих веществ определяют по ГОСТ 33276, ГОСТ 34128.

6 Условия проведения измерений

При подготовке к проведению измерений и при проведении измерений соблюдают условия:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — не более 75 %.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не допускается загрязненность воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами; рабочее место должно быть защищено от воздушных потоков и вибраций, влияющих на измерение массы.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,005 г и ± 0,01 г.

Спектрофотометр однолучевой утвержденного типа, позволяющий проводить измерения при длине волны 550 нм, с допускаемой погрешностью измерений коэффициента направленного пропускания не более 2 % в оптических кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, оснащенный программным обеспечением для сбора и обработки данных, обеспечивающим создание и сохранение градуировочных зависимостей методом наименьших квадратов, с последующим автоматическим расчетом концентрации по ним.

Термометр лабораторный по ГОСТ 28498 с пределом допускаемой погрешности ±1 °С в диапазоне измерений от 0 до 100 °С.

Гомогенизатор (измельчитель) лабораторный любого типа.

Баня водяная, оснащенная терморегулятором для поддержания и контроля температуры в диапазоне от 25 °С до 100 °С с погрешностью не более ± 2 °С.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)-1(1а, 2, 2а)-1(2)-2(5, 10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные 1-25-2 и 1-50-2 по ГОСТ 1770.

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

Пробирки градуированные П-2-10-14/23 ХС по ГОСТ 1770 с пробками.

Воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные исполнения 1 вместимостью 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-3-250 по ГОСТ 25336.

Кюветы из оптического стекла или полимерные с длиной оптического пути 10 мм.

Контейнеры из полимерного материала или стекла, снабженные герметичными крышками, подходящей вместимости для хранения проб.

Стаканчики для взвешивания стеклянные по ГОСТ 25336.

Палочки из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400, длина палочек должна соответствовать высоте стаканчиков.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» диаметром, соответствующим диаметру воронок.

5-Гидроксиметилфурфурол $C_6H_6O_3$ с массовой долей основного вещества не менее 99 %[1)].

---

1) Например, каталожный номер W501808, Sigma-Aldrich. Данная информация не является рекламой указанного продукта и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

п-Толуидин (4-Метиланилин) $CH_3C_6H_4NH_2$ **с** массовой долей основного вещества не менее 99 %[1].

Кислота барбитуровая (2,4,6-Тригидроксипиримидин) $C_4H_4N_2O_3$ с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Ацетальдегид с массовой долей основного вещества не менее 99 %[2] (по выбору пользователя настоящего стандарта).

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Спирт изопропиловый (2-пропанол) с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Вода по ГОСТ ISO 3696 не ниже третьей степени чистоты.

Примечание — 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 реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

8 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Приготовление основного раствора 5-гидроксиметилфурфурола массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 (1 мг/см^3)

Взвешивают (0,200 ± 0,005) г 5-ГМФ, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, смывая несколько раз водой. Перемешивают содержимое до полного растворения кристаллов, после чего объем в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Основной раствор хранят в холодильнике при температуре не выше 5 °С в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 1 мес.

8.1.2 Приготовление рабочего раствора 5-гидроксиметилфурфурола массовой концентрацией 10 мг/дм^3 (10 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 с помощью пипетки вносят 1 см^3 основного раствора по 8.1.1, после чего объем в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Рабочий раствор готовят и используют непосредственно в день проведения измерений.

8.1.3 Приготовление реактивов для проведения цветной реакции

Реактив 1. Взвешивают (10,00 ± 0,01) г п-Толуидина, растворяют в 60—70 см^3 изопропилового спирта при нагревании на водяной бане при температуре 45—50 °С, добавляют 10 см^3 уксусной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают до комнатной температуры и доводят до метки изопропиловым спиртом. Тщательно перемешивают.

Реактив 2. Взвешивают (0,50 ± 0,01) г барбитуровой кислоты, растворяют в 60—70 см^3 воды при нагревании на водяной бане при температуре 45—50 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают до комнатной температуры и доводят до метки водой. Тщательно перемешивают.

Реактивы 1 и 2 хранят в холодильнике при температуре не выше 5 °С в плотно закрытых склянках из темного стекла не более 1 мес. При появлении осадка, потемнении растворы заменяют свежеприготовленными.

8.1.4 Приготовление водного раствора ацетальдегида с объемной долей 1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 добавляют 1 см^3 ацетальдегида и доводят до метки водой. Тщательно перемешивают.

Раствор готовят и используют непосредственно в день проведения измерений.

---

[1] Например, каталожный номер 461121, Sigma-Aldrich. Данная информация не является рекламой указанного продукта и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

[2] Например, каталожный номер 402788, Sigma-Aldrich. Данная информация не является рекламой указанного продукта и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

8.1.5 Приготовление раствора калия железистосинеродистого 3-водного массовой концентрации 150 г/дм^3 (реактив Карреза I)

Взвешивают в стакане (150 ± 0,01) г калия железистосинеродистого 3-водного, растворяют в небольшом количестве теплой воды и переносят, смывая несколькими порциями воды, в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 мес.

8.1.6 Приготовление раствора цинка уксуснокислого 2-водного массовой концентрации 300 г/дм^3 (реактив Карреза II)

Взвешивают в стакане (300 ± 0,01) г цинка уксуснокислого 2-водного, растворяют в небольшом количестве теплой воды и переносят, смывая несколькими порциями воды, в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре не более 1 мес.

8.2 Подготовка спектрофотометра к работе

Включение и подготовку прибора к работе, выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации. Режим работы прибора устанавливают в зависимости от типа применяемого оборудования в соответствии с рекомендациями изготовителя.

9 Проведение измерений

9.1 Приготовление раствора пробы

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

9.1.1 Бесцветные или слегка окрашенные жидкие продукты

Пробу продукта массой (20,00 ± 0,01) г взвешивают в стакане вместимостью 100 см^3, переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывая остатки продукта со стенок водой несколько раз, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

При необходимости фильтруют раствор, отбросив первые 20 см^3 фильтрата. Фильтрат должен быть прозрачен.

9.1.2 Густые и сильно окрашенные продукты

Пробу продукта массой (20,00 ± 0,01) г взвешивают в стакане вместимостью 100 см^3, переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывая остатки продукта со стенок водой несколько раз так, чтобы общий объем смывов не превышал 50 см^3. Добавляют пипеткой 2 см^3 реактива Карреза I, перемешивают. Добавляют 2 см^3 реактива Карреза II, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Фильтруют раствор, отбросив первые 20 см^3 фильтрата. Фильтрат должен быть прозрачен.

9.2 Цветная реакция

9.2.1 Продукты с содержанием свободного диоксида серы менее 10 мг/дм^3 (10 мг/кг)

В каждую из двух мерных пробирок пипеткой последовательно добавляют:

- 2 см^3 раствора пробы по 9.1;
- 5 см^3 реактива 1

Закрывают пробирки пробкой и встряхивают 1—2 мин.

Примечание — Содержание свободного диоксида серы в продуктах определяют по ГОСТ 25555.5, ГОСТ 32711 и ГОСТ EN 13196.

В первую пробирку добавляют 1 см^3 воды, снова встряхивают и переносят содержимое в кювету для спектрофотометра (контрольный раствор).

Во вторую пробирку добавляют 1 см^3 реактива 2, снова встряхивают и переносят содержимое в кювету для спектрофотометра. Проводят измерение оптической плотности при 550 нм в течение 3—4 мин, используя в качестве сравнения кювету с контрольным раствором.

Примечание — Абсорбция достигает максимума через 4 мин после добавления раствора барбитуровой кислоты, а затем резко падает. Показания следует снимать при максимальной абсорбции.

9.2.2 Продукты с содержанием свободного диоксида серы более 10 мг/дм^3 (10 мг/кг)

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 переносят 15 см^3 раствора пробы по 9.1 и добавляют 2 см^3 раствора ацетальдегида, встряхивают, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Далее поступают, как указано в 9.2.1.

Примечание — Содержание свободного диоксида серы в продуктах определяют по ГОСТ 25555.5, ГОСТ 32711 и ГОСТ EN 13196.

9.3 Построение градуировочной зависимости

Градуировочную зависимость с проверкой линейности устанавливают каждый раз перед началом измерений в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

В серию из шести мерных пробирок пипеткой вносят 0,2, 0,6, 1,0, 1,4, 1,8 и 2,0 см^3 рабочего раствора 5-ГМФ по 8.1.2. Добавляют воду в каждую пробирку (кроме последней), чтобы довести общий объем до 2 см^3. Полученные растворы содержат соответственно 2, 6, 10, 14, 18 и 20 мкг 5-ГМФ.

Одновременно готовят раствор сравнения, для чего в отдельную пробирку добавляют 2 см^3 воды.

Далее в каждую из мерных пробирок пипеткой последовательно добавляют:

- 5 см^3 реактива 1, закрывают пробирки пробкой и встряхивают 1—2 мин;
- 1 см^3 реактива 2, снова встряхивают и переносят содержимое пробирок в кюветы для спектрофотометра.

Проводят измерение оптической плотности при 550 нм в течение 3—4 мин, используя в качестве сравнения кювету с раствором сравнения, и строят в микрограммах (мкг) график зависимости оптической плотности растворов от содержания в них 5-ГМФ.

Построение градуировочной зависимости и вычисление градуировочных коэффициентов в уравнении прямой выполняют методом наименьших квадратов с помощью программного обеспечения. Градуировочную зависимость считают приемлемой, если коэффициент корреляции R^2 составляет не менее 0,995.

Примечание — Программное обеспечение к некоторым приборам позволяет вычислять градуировочный коэффициент K, равный $1/b$.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Массовую долю 5-ГМФ X, мг/кг, в пробе продукта вычисляют, используя градуировочную зависимость, установленную по 9.3, в соответствии с формулой

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{V_2 \cdot m_0}, \quad (1)$$

где m_1 — масса 5-ГМФ в полученном растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_1 — объем раствора, полученного из пробы продукта по 9.1, см^3;

V_2 — объем раствора пробы, взятого для проведения цветной реакции по 9.2, см^3;

m_0 — масса пробы продукта, г.

10.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости и удовлетворяющих условию приемлемости по 11.2.

10.3 Окончательный результат определения регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ISO/IEC 17025 с указанием настоящего стандарта в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95,$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое результатов параллельных измерений массовой доли 5-ГМФ, мг/кг, признанных приемлемыми по 11.2;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерения массовой доли 5-ГМФ, мг/кг, вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (2)$$

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

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности. Значение границ абсолютной погрешности выражают целым числом.

Если массовая доля 5-ГМФ выходит за пределы нижней границы диапазона измерений, то приводят следующую запись в журнале: «Массовая доля 5-ГМФ менее 1 мг/кг».

Если массовая доля 5-ГМФ выходит за пределы верхней границы градуировочной зависимости, то проводят дополнительное разбавление пробы, но не более чем в 10 раз, и повторяют измерение.

10.4 В протоколе испытаний должны быть указаны все детали, необходимые для полной идентификации пробы. Также в протоколе указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- дату и способ отбора проб (если это возможно);
- дату доставки образца;
- дату проведения определения;
- результаты определения;
- обнаруженные в ходе определения особенности;
- любые обстоятельства, которые могли повлиять на конечный результат.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода определения содержания 5-ГМФ

Приписанные характеристики погрешности метода и ее составляющих при $P = 0{,}95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Приписанные характеристики погрешности метода и ее составляющих при $P = 0{,}95$

Диапазон измерений массовой доли 5-ГМФ, мг/кг	Предел повторяемости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории), $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %
1-50	11	29	28

Примечания

1 Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$, %, при коэффициенте охвата $k = 2$.

2 При внедрении метода в лаборатории проводят подтверждение соответствия установленным требованиям (верификацию) (см. [2]).

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проводят проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$).

Результаты измерений считают приемлемыми при условии

$$\left|X_1 - X_2\right| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных измерений массовой доли 5-ГМФ, мг/кг;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений массовой доли 5-ГМФ, мг/кг;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (см. таблицу 1), %.

При невыполнении условия (3) получают еще два результата измерений в соответствии с разделом 9 и затем устанавливают окончательный результат измерений.

Если расхождение между результатами параллельных измерений вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов и повторяют измерения.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проводят проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$).

Результаты измерений считают приемлемыми при условии

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le 0{,}01 \cdot CD_{0,95} \cdot \overline{\overline{X}}, \tag{4}$$

где $\overline{X}_1, \overline{X}_2$ — окончательные результаты измерений массовой доли 5-ГМФ, полученные в первой и второй лабораториях соответственно, мг/кг;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение окончательных результатов измерений массовой доли 5-ГМФ, полученных в первой и второй лабораториях, мг/кг.

$CD_{0,95}$ — значение критической разности, %;

Значение критической разности вычисляют по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R_{отн}^2 - r_{отн}^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{n_1} - \frac{1}{n_2}\right)}, \tag{5}$$

где $R_{отн}$ — предел воспроизводимости (см. таблицу 1), %;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (см. таблицу 1), %;

n_1 и n_2 — число параллельных измерений в первой и второй лабораториях соответственно.

Если условия (3) и (4) не выполнены, то лабораториям рекомендуется провести процедуры разрешения противоречий между результатами двух лабораторий и арбитража.

12 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений, используя методы контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности с применением контрольных карт Шухарта.

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

13 Требования безопасности

Требования безопасности должны соответствовать положениям, изложенным в руководствах по эксплуатации лабораторного оборудования.

13.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.4.009 и электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.2.007.0.

13.2 Помещение, в котором проводят испытания, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

13.3 Работу с химическими реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

14 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и (или) обработке их результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе обучения и уложившихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедуры контроля точности измерений.

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 023/2011 — Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей

[2] Р 50.2.060—2008 — Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям

УДК 664.841:664.851:543.06:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, 5-гидроксиметилфурфурол, содержание, спектрофотометр, определение

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.09.2022. Подписано в печать 24.09.2022. 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

gost.e-ecolog.ru