ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70995— 2023

ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

Определение массовой доли пропионовой кислоты методом капиллярного электрофореза

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным научным учреждением «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности» (ФГАНУ НИИХП)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 003 «Хлебобулочные и макаронные изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 октября 2023 г. № 1103-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Условия проведения измерений 3
6 Требования безопасности 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 3
8 Подготовка к проведению измерений 4
8.1 Отбор проб 4
8.2 Подготовка проб к измерению 4
8.3 Подготовка лабораторной посуды 5
8.4 Подготовка прибора к работе 5
8.5 Приготовление растворов 6
8.6 Приготовление основного, градуировочных и контрольного растворов 6
8.7 Градуировка системы и контроль стабильности градуировочной характеристики 8
9 Проведение измерений 9
9.1 Приготовление анализируемого раствора 9
9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм 10
10 Обработка результатов 10
11 Метрологические характеристики 11
Приложение А (справочное) Примеры электрофореграмм 12
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

Определение массовой доли пропионовой кислоты методом капиллярного электрофореза

Bakery products. Determination of the propionic acid mass fraction by capillary electrophoresis

Дата введения — 2024—08—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хлебобулочные изделия и устанавливает метод измерения массовой доли пропионовой кислоты методом капиллярного электрофореза в диапазоне измерений от 100 до 10 000 мг/кг включительно.

В условиях проведения анализа невозможно раздельное определение индивидуальных форм пропионовой кислоты и ее солей. Результат анализа предоставляют в суммарном виде в пересчете на пропионовую кислоту либо на ее соль.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 245 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4172 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5667 Изделия хлебобулочные. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 9846 Хлебцы хрустящие. Технические условия

ГОСТ 11270 Изделия хлебобулочные. Соломка. Общие технические условия

ГОСТ 16317 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

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 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32124 Изделия хлебобулочные бараночные. Общие технические условия

ГОСТ 32677 Изделия хлебобулочные. Термины и определения

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

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

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 54645 Изделия хлебобулочные сухарные. Общие технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ Р ИСО 5725-6 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 в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 5667, ГОСТ 32677, ГОСТ Р ИСО 5725-1, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля пропионовой кислоты в хлебобулочных изделиях:** Массовая доля пропионовой кислоты и ее солей пропионатов по отдельности или в комбинации в пересчете на пропионовую кислоту, измеренная в соответствии с методом, изложенным в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Метод измерений основан на извлечении определяемых компонентов из проб дистиллированной водой, дальнейшем их разделении и количественном определении методом капиллярного электрофореза. Детектирование пропионат-ионов проводят по собственному поглощению в ультрафиолетовой области спектра. При необходимости проводят пересчет на соответствующие соли пропионовой кислоты.

5 Условия проведения измерений

5.1 При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 85 %.

5.2 К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и показавших удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля точности измерений.

6 Требования безопасности

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

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

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

6.4 Организация обучения персонала безопасности труда — по нормативным документам.

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

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

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Система капиллярного электрофореза (далее — прибор) с источником высокого напряжения отрицательной полярности, оснащенная сменным кварцевым капилляром с общей длиной от 50 до 75 см и внутренним диаметром 50 мкм, спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения при длине волны от 190 до 200 нм, и компьютером с программным обеспечением для регистрации и обработки электрофореграмм.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIMLR 76-1 специального (I) или высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 100 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

Устройство для перемешивания проб (шейкер лабораторный).

Электроплитка бытовая.

Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

Измельчитель ножевой электрический (лабораторная мельница, кофемолка).

Измельчитель шнековый (мясорубка с ручным приводом по ГОСТ 4025 или электромясорубка по ГОСТ 20469).

Колбы мерные 2(2а)-25(50, 100)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-100-14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1(2)-250-ТХС по ГОСТ 25336.

Ступка с пестиком фарфоровые по ГОСТ 9147.

Цилиндры мерные 1(3)-50 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки с одной меткой 1-2-50 по ГОСТ 29169.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100, 100—1000, 1000—5000 мм^3 по ГОСТ 28311.

Наконечники для дозаторов универсальные, номинальным объемом 100, 1000 и 5000 мм^3.

Пробирки однократного применения (типа Эппендорф) вместимостью 1,5 $см^3$.

Виалы с завинчивающими крышками для хранения растворов вместимостью 10—40 $см^3$.

Полиэтиленовые емкости с завинчивающими крышками или стеклянные емкости с притертыми крышками для хранения растворов вместимостью 25, 50, 100 $см^3$.

Шприцы медицинские одноразовые вместимостью 10 (20) $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.

Фильтры целлюлозно-ацетатные (размер пор 0,2 мкм, диаметр 25 мм).

Пропионат натрия, с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Изопропиловый спирт абсолютированный по ГОСТ 9805.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х. ч.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, ч. д. а.

Цетилтриметиламмонияbромид (ЦТАБ), массовая доля основного вещества не менее 98 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (далее — дистиллированная вода).

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

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Отбор проб

8.1.1 Отбор проб хлебобулочных изделий — по ГОСТ 5667.

8.1.2 Отбор проб бараночных изделий — по ГОСТ 32124.

8.1.3 Отбор проб сухарных хлебобулочных изделий — по ГОСТ Р 54645.

8.1.4 Отбор проб хлебцев хрустящих — по ГОСТ 9846.

8.1.5 Отбор проб соломки, хлебных палочек — по ГОСТ 11270.

8.2 Подготовка проб к измерению

8.2.1 Из хлебобулочных изделий, не удаляя включения (цукатов, сушеного винограда, орехов, мака и др.), вырезают часть, в которой соотношение между количеством мякиша, корки, начинки (повидло, варенье, творог и т. п.), отделки, обсыпки и т. д. такое же, как и в целом изделии. Масса выделенной пробы должна быть не менее 50 г.

8.2.2 Весовые и штучные хлебобулочные изделия массой менее 0,1 кг анализируют целиком.

8.2.3 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой от 0,1 до 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на две равные части;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм (у нарезанных изделий отделяют первый заветренный ломоть). Оставшуюся часть изделия разрезают на две равные части.

8.2.4 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на четыре равные части. Из хлебобулочных изделий округлой формы допускается вырезать сегмент массой не менее 50 г таким образом, чтобы линии среза проходили через центр изделия;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм (у нарезанных изделий отделяют первый заветренный ломоть). Оставшуюся часть изделия разрезают на четыре равные части.

8.2.5 Порядок подготовки к проведению измерений, выпеченных штучных хлебобулочных изделий специфической формы, устанавливают в нормативных документах на эти изделия.

8.2.6 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т. д.) хлебобулочные изделия вместе с включениями и отделкой измельчают на терке, в ступке или на ножевом электрическом измельчителе.

8.2.7 Куски изделий, подготовленных по 8.2.1—8.2.6, не удаляя начинку и/или включения (повидло, варенье, сушеный виноград и т. п.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром и т. п.) измельчают в крошку на ножевом электрическом измельчителе, перемешивают и незамедлительно берут навески.

Начинку и крупные включения рекомендуется предварительно отделять от тестовой основы, измельчать отдельно и соединять с измельченной тестовой основой.

8.2.8 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий с пастообразной начинкой (повидло, варенье, творог и т. п.) куски изделий массой не менее 150 г пропускают через мясорубку три-четыре раза, перемешивают и незамедлительно берут навески. Весовые и штучные хлебобулочные изделия массой менее 0,25 кг анализируют целиком. Если масса одного изделия менее 0,15 кг, то для анализа берут несколько изделий суммарной массой не менее 0,15 кг.

8.3 Подготовка лабораторной посуды

8.3.1 Для мытья химической посуды допускается использовать щелочи, концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту. Категорически запрещается использовать для мытья хромовую смесь. Посуду многократно ополаскивают дистиллированной водой.

8.3.2 Все наконечники дозаторов и пробирки типа «Эппендорф» используются однократно. С целью исключения загрязнения дозаторов запрещается погружать наконечник дозатора в раствор целиком.

8.4 Подготовка прибора к работе

8.4.1 Подготовку капилляра прибора осуществляют в соответствии с 8.4.2—8.4.4. Градуировку системы и контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в соответствии с 8.7.

8.4.2 Ежедневная подготовка капилляра к работе

Перед проведением измерений капилляр последовательно промывают дистиллированной водой в течение 3 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.5.1) — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин.

Для проверки состояния капилляра контрольный раствор (см. 8.6.5) дважды анализируют в условиях по 8.7.1. При этом в первую очередь обращают внимание на стабильность времен миграции пропионовой кислоты.

8.4.3 Подготовка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Непосредственно перед проведением измерений капилляр промывают фоновым электролитом (см. 8.5.6) в течение 4 мин.

После проведения измерения капилляр промывают раствором гидроокиси натрия (см. 8.5.1) — 5 мин, дистиллированной водой — 2 мин.

При увеличении времени миграции пропионовой кислоты на электрофореграмме на 5 % и более рекомендуется:

- заменить фоновый электролит в пробирках на входе и выходе другими порциями фонового электролита;
- промыть капилляр в следующей последовательности: дистиллированной водой в течение 3 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.5.1) — 5 мин, дистиллированной водой — 5 мин и фоновым электролитом (см. 8.5.6) — 5 мин.

При сильном загрязнении капилляра допускается его промывка по следующей схеме: дистиллированной водой в течение 1 мин, раствором серной кислоты (разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1 по объему) — 5 мин, дистиллированной водой — 3 мин, другой порцией дистиллированной воды — 2 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.5.1) — 10 мин, дистиллированной водой — 5 мин.

После завершения измерений капилляр промывают дистиллированной водой в течение 2 мин, раствором гидроокиси натрия (см. 8.5.1) — 10 мин, дистиллированной водой — 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с дистиллированной водой.

Допускается изменять процедуры промывки капилляра. Выбирают оптимальную по времени и по промывочным растворам процедуру подготовки капилляра между измерениями и строго ее соблюдают. Невыполнение этого условия приводит к ухудшению стабильности времени миграции пропионовой кислоты.

8.5 Приготовление растворов

8.5.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия для промывки капилляра

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 2 г гидроокиси натрия и добавляют 100 см^3 дистиллированной воды.

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

8.5.2 Приготовление раствора фосфорнокислого натрия двузамещенного молярной концентрации 0,188 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (6,73 ± 0,01) г 12-водного фосфорнокислого двузамещенного натрия, добавляют от 50 до 60 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

8.5.3 Приготовление раствора фосфорнокислого натрия однозамещенного молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (1,56 ± 0,01) г 2-водного фосфорнокислого однозамещенного натрия, добавляют от 50 до 60 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 3 мес.

8.5.4 Приготовление фосфатного буферного раствора молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 50 см^3 раствора фосфорнокислого двузамещенного натрия (см. 8.5.2) и 5,0 см^3 раствора фосфорнокислого однозамещенного натрия (см. 8.5.3), перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

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

8.5.5 Приготовление раствора цетилтриметиламмония бромида (ЦТАБ) молярной концентрации 0,01 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают (0,091 ± 0,001) г ЦТАБ, добавляют 10—15 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. При необходимости нагревают на водяной бане при температуре не выше 50 °С. После полного растворения и охлаждения раствора до комнатной температуры содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Во время хранения раствора допускается выпадение осадка. В этом случае перед использованием раствор необходимо нагреть на водяной бане до растворения кристаллов.

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

8.5.6 Приготовление фонового электролита

В виале вместимостью 15—20 см^3 смешивают 9,5 см^3 фосфатного буфера (см. 8.5.4), 0,1 см^3 раствора ЦТАБ (см. 8.5.5) и 0,5 см^3 изопропилового спирта, тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 14 сут.

8.6 Приготовление основного, градуировочных и контрольного растворов

8.6.1 Приготовление основного раствора пропионовой кислоты

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят (65,0 ± 0,5) мг пропионата натрия, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Номинальное значение массовой концентрации $C_н$, в пересчете на пропионовую кислоту в основном растворе составляет 1000 мг/дм^3. Фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты C_0, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{m \cdot P \cdot f \cdot 10}{V}, \quad (1)$$

где m — масса навески пропионата натрия, мг;

P — массовая доля основного вещества в исходном препарате, использованном для приготовления запасного раствора (указана в паспорте), %;

f — фактор пересчета, равный 0,77;

10 — коэффициент согласования размерности единиц;

V — объем запасного раствора, равный 50 см^3.

Срок хранения основного раствора пропионовой кислоты при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 мес.

8.6.2 Приготовление градуировочного раствора № 1

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5,0 см^3 основного раствора пропионовой кислоты (см. 8.6.1), объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Допускается использование иных по количественному составу градуировочных и контрольного растворов, содержащих пропионовую кислоту в концентрациях, соответствующих диапазону градуировочной характеристики (см. 8.7.1).

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе № 1 приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочных и контрольном растворах

Наименование раствора	Массовая концентрация пропионовой кислоты в растворе, мг/дм^3
Градуировочный раствор № 1	100
Градуировочный раствор № 2	20
Градуировочный раствор № 3	5
Контрольный раствор	50

Фактическое значение массовой концентрации кислоты C_1, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_1}, \quad (2)$$

где C_0 — фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в основном растворе, вычисленное по формуле (1), мг/дм^3;

V_0 — объем основного раствора кислоты по 8.6.1 использованного при приготовлении градуировочного раствора № 1, см^3;

V_1 — объем приготовленного градуировочного раствора № 1, см^3.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 7 сут.

8.6.3 Приготовление градуировочного раствора № 2

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 5,0 см^3 градуировочного раствора № 1 (см. 8.6.2), объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе № 2 приведены в таблице 1. Фактическое значение массовой концентрации кислоты C_2, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_{1,2}}{V_2}, \quad (3)$$

где C_1 — фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе № 1, вычисленное по формуле (2), мг/дм^3;

$V_{1,2}$ — объем градуировочного раствора № 1, использованный для приготовления градуировочного раствора № 2, см^3;

V_2 — объем приготовленного градуировочного раствора № 2, см^3.

Раствор используют в день приготовления.

8.6.4 Приготовление градуировочного раствора № 3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 2,5 см^3 градуировочного раствора № 1 (см. 8.6.2), объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе № 3 приведены в таблице 1. Фактические значения массовой концентрации каждой кислоты C_3, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_3 = \frac{C_1 \cdot V_{1,3}}{V_3}, \quad (4)$$

где C_1 — фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе № 1, вычисленное по формуле (2), мг/дм^3;

$V_{1,3}$ — объем градуировочного раствора № 1, использованный для приготовления градуировочного раствора № 3, см^3;

V_3 — объем приготовленного градуировочного раствора № 3, см^3.

Раствор используют в день приготовления.

8.6.5 Приготовление контрольного раствора

В виалу вместимостью 15—20 см^3 помещают 5,0 см^3 градуировочного раствора № 1 (см. 8.6.2), добавляют 5,0 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в контрольном растворе приведены в таблице 1. Фактические значения массовой концентрации кислоты $C_к$, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_к = \frac{C_1 \cdot V_{1к}}{V_к}, \quad (5)$$

где C_1 — фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе № 1, вычисленное по формуле (2), мг/дм^3;

$V_{1к}$ — объем градуировочного раствора № 1, использованный для приготовления контрольного раствора, см^3;

$V_к$ — объем приготовленного контрольного раствора, см^3.

Контрольный раствор используется для контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.7).

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 сут.

8.7 Градуировка системы и контроль стабильности градуировочной характеристики

8.7.1 Градуировка системы

Перед измерением все растворы центрифугируют в течение 5 мин с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

Непосредственно перед анализом подготавливают капилляр в соответствии с 8.4.2. Между анализами капилляр промывают согласно 8.4.3.

Для проведения градуировки системы регистрируют электрофореграммы градуировочных растворов, приготовленных по 8.6.2—8.6.4, в условиях, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Условия проведения измерений

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	От 190 до 200
Температура термостатирования капилляра, °С	20
Ввод пробы гидродинамический, мбар · с	От 400 до 450
Напряжение, кВ	От минус 20 до минус 15*
Время регистрации ЭФГ, мин	От 4 до 6 (ориентировочно)
Фоновый электролит	Раствор по 8.5.6
* Рекомендуется выбирать напряжение таким образом, чтобы величина тока во время анализа не превышала 80 мкА.	

Длину волны детектирования выбирают в области 190—200 нм таким образом, чтобы высота пика пропионовой кислоты в градуировочных растворах была максимальной. Подобранные параметры анализа фиксируют и используют для записи электрофореграмм градуировочных растворов и растворов, полученных при подготовке проб.

Диапазон градуировочной характеристики для пропионовой кислоты составляет от 5 до 100 мг/дм^3.

Пример электрофореграммы градуировочного раствора приведен в приложении А (рисунок А.1).

На полученной электрофореграмме проверяют правильность автоматической разметки пиков и, если необходимо, корректируют ее.

Затем обрабатывают электрофореграмму согласно процедуре градуировки в соответствии с руководством пользователя программного обеспечения, используемого для сбора и обработки данных.

Градуировочная характеристика признается приемлемой при выполнении следующих условий:

- значение коэффициента корреляции, рассчитанное программой, более 0,99;
- отклонение массовой концентрации пропионовой кислоты в каждой точке градуировочной характеристики от фактического значения не превышает 8 % или относительное среднее квадратическое отклонение не превышает 4 %.

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

При замене капилляра, после проведения ремонта, при смене партии хотя бы одного из компонентов фонового электролита, изменении одного из параметров проведения измерений (см. таблицу 2), а также получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.7.2) градуировку прибора проводят заново.

Необходимо через четыре-пять измерений пробирки на входе и выходе заново заполнять другими порциями фонового электролита.

8.7.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

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

Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольный раствор по 8.6.5, который анализируют не менее двух раз в условиях, указанных в таблице 2.

На полученных электрофореграммах проводят автоматическую идентификацию компонента, установив ширину окна идентификации 5 %. При необходимости вносят программную коррекцию номера пика или времени миграции.

При помощи программного обеспечения вычисляют массовую концентрацию пропионовой кислоты в контрольных растворах для каждого ввода $C_{к1}$ и $C_{к2}$, мг/дм^3, используя действующую на данный момент градуировочную характеристику, установленную по 8.7.1.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если для каждого ввода (i = 1, 2) контрольного раствора выполняется условие:

$$|C_{кi} - C_к| \le 0{,}1C_к, \quad (6)$$

где $C_{кi}$ — измеренная массовая концентрация пропионовой кислоты в контрольном растворе i-го ввода, мг/дм^3;

$C_к$ — фактическая массовая концентрация пропионовой кислоты в контрольном растворе, мг/дм^3.

При невыполнении условия по формуле (6) хотя бы для одного ввода промывают капилляр по 8.4.3 и повторно анализируют контрольный раствор еще два раза. При повторных отклонениях, превышающих указанные нормативы, заново градуируют систему.

9 Проведение измерений

9.1 Приготовление анализируемого раствора

Для каждой пробы проводят два параллельных измерения в условиях повторяемости.

Навеску измельченной и гомогенизированной по 8.2.7 или 8.2.8 пробы массой (5,0 ± 0,2) г, взвешенную с погрешностью не более ±0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 50 см^{3}дистиллированной воды, подогретой до температуры (65 ± 5) °С, и встряхивают в течение 30 мин на лабораторном шейкере (или вручную) при комнатной температуре. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают до комнатной температуры, доводят раствор до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученный раствор центрифугируют в течение 5 мин с частотой вращения не менее 5000 об/мин или фильтруют через одноразовый мембранный фильтр, отбрасывая первый 1 см^3 фильтрата. Фильтрат (центрифугат) переносят в виалу. Объем полученного фильтрата (центрифугата) должен составлять не менее 1,5 см^3.

Полученные водные растворы анализируют в день приготовления. Не допускается хранение водного раствора над осадком.

9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм

Для каждого из двух параллельно подготовленных по 9.1 растворов регистрируют по одной электрофореграмме в условиях, указанных в таблице 2.

Пример электрофореграммы подготовленной пробы приведен в приложении А (рисунок А.2).

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

Если пропионовая кислота обнаружена, то определяют ее массовую концентрацию с использованием градуировочной характеристики, установленной по 8.7.1.

Если измеренные значения массовой концентрации пропионовой кислоты превышают верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то подготовленный по 9.1 раствор разбавляют дистиллированной водой так, чтобы значение массовой концентрации компонента в разбавленном растворе находилось в середине диапазона измеряемых значений. Коэффициент разбавления Q вычисляют по формуле

$$Q = \frac{V_р}{V_{ал}}, \tag{7}$$

где $V_р$ — объем разбавленного раствора, см^3;

$V_{ал}$ — объем анализируемого раствора (см. 9.1), взятый для разбавления, см^3.

Примечания

1 На стадии освоения методики для идентификации пропионовой кислоты рекомендуется использовать метод добавок. Определяемый компонент (пропионовую кислоту) вводят в подготовленную пробу таким образом, чтобы массовая концентрация добавки составила от 50 % до 150 % от предварительно измеренной. Увеличение высоты соответствующего пика подтверждает правильность идентификации. Аналогичную процедуру рекомендуется проводить при анализе проб, идентификация пиков которых вызывает сомнения.

2 На электрофореграмме реальных образцов могут наблюдаться пики неорганических анионов (хлоридов и нитратов), других органических кислот (молочной, уксусной, лимонной).

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю пропионовой кислоты в пробе X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_{изм} \cdot V_s \cdot Q}{m_s}, \tag{8}$$

где $C_{изм}$ — измеренное значение массовой концентрации пропионовой кислоты в анализируемом растворе, мг/дм^3;

V_s — объем конечного (анализируемого) раствора по 9.1, см^3, равный 100 см^3;

Q — коэффициент разбавления (см. 9.2);

m_s — масса анализируемой пробы, г.

10.2 Если результат измерений массовой доли пропионовой кислоты необходимо представить в пересчете на другие химические соединения, то значения, полученные по формуле (8), умножают на соответствующие коэффициенты. Значения коэффициентов для наиболее часто встречающихся форм пропионатов представлены в таблице 3.

Таблица 3 — Коэффициенты пересчета

Наименование органической кислоты	Соединение органической кислоты	Коэффициент пересчета
Пропионовая кислота	Пропионат натрия	1,30
	Пропионат калия	1,51
	Пропионат кальция	1,26

10.3 При необходимости массовую долю пропионовой кислоты X можно представить в расчете на г/кг, г/100 г пробы, мг/100 г пробы или %:

10 000 мг/кг =10 г/кг = 1000 мг/100 г =1 г/100 г = 1 %.

10.4 За результат измерений массовой доли пропионовой кислоты в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (см. раздел 11).

11 Метрологические характеристики

11.1 Результат измерений массовой доли пропионовой кислоты в пробе может быть представлен в виде $\overline{X} \pm U$, мг/кг, при этом U — показатель точности измерений (расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2), рассчитывают по формуле

$$U = 0{,}01 U_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (9)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$U_{отн}$ — относительная расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2 (численное значение приведено в таблице 4);

$\overline{X}$ — среднее арифметическое значение массовой доли пропионовой кислоты для двух параллельных определений (X_1, X_2), мг/кг.

Таблица 4 — Метрологические характеристики результатов измерений массовой доли пропионовой кислоты при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Наименование определяемого показателя	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Предел повторяемости r, %	Стандартное отклонение воспроизводимости σ_R, %	Предел воспроизводимости R, %	Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2U$, %
Массовая доля пропионовой кислоты	7,3	20,4	10,2	28,6	20,0

Численное значение показателя расширенной неопределенности измерений (при коэффициенте охвата $k = 2$), выраженное в мг/кг, должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и результат измерений.

11.2 Контроль прецизионности

Расхождение между результатами двух параллельных измерений X_1 и X_2, мг/кг, полученных в одной лаборатории в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1, должно соответствовать условию:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01\overline{X} \cdot r, \quad (10)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое значение результатов параллельных измерений, мг/кг;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 4), %.

Если это условие не соблюдается, то используют методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 либо в соответствии с рекомендациями [1].

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях $X_{1лаб}$, мг/кг, и $X_{2лаб}$, мг/кг, на идентичных пробах разными операторами с использованием различных экземпляров оборудования должно соответствовать условию:

$$|X_{1лаб} - X_{2лаб}| \le 0{,}01\overline{X}_{лаб} \cdot R, \quad (11)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$\overline{X}_{лаб}$ — среднее арифметическое значение результатов измерений в двух лабораториях, мг/кг;

R — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 4), %.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 либо в соответствии с рекомендациями [1].

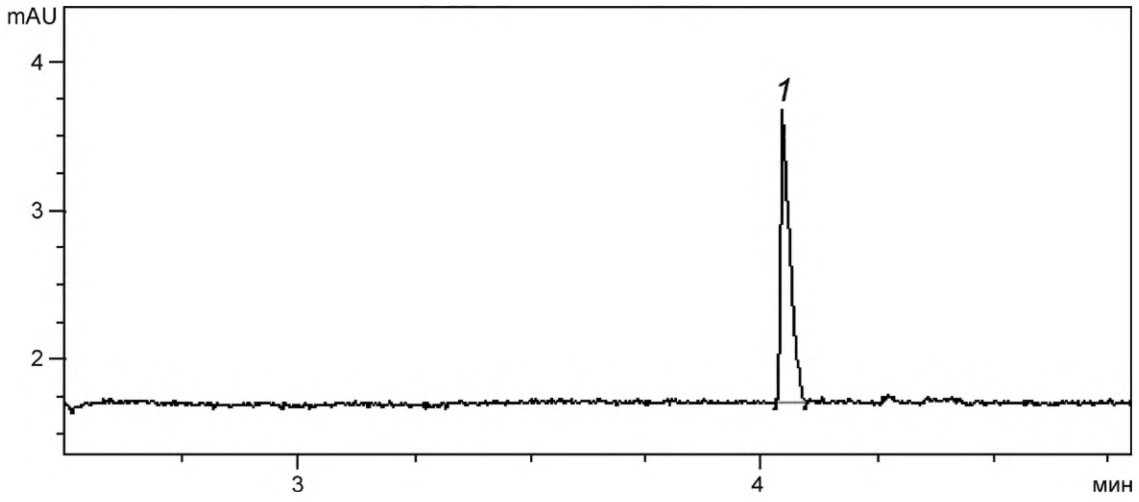
11.3 Контроль погрешности результатов измерений в лаборатории рекомендуется проводить с применением метода сравнения или стандартного образца с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 или рекомендаций [1].

11.4 Контроль стабильности результатов измерений (повторяемости, воспроизводимости и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории по ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Приложение А
(справочное)

Примеры электрофореграмм

А.1 Пример электрофореграммы градуировочного раствора № 1 приведен на рисунке А.1, условия проведения измерений приведены в таблице А.1.



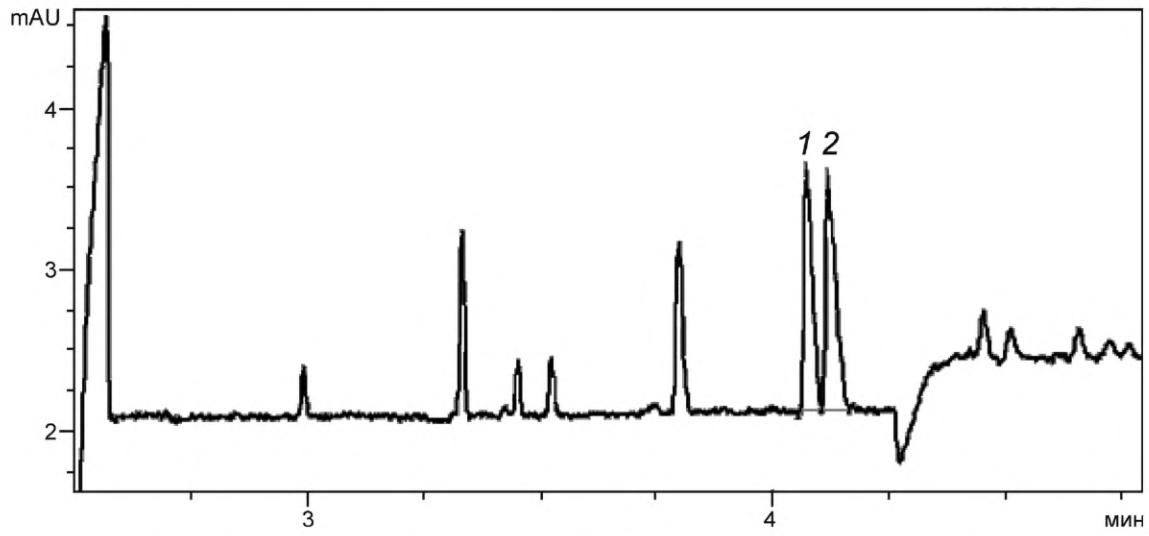
1 — пропионовая кислота

Рисунок А.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора № 1

Таблица А.1 — Условия проведения измерений

Наименование параметра	Значение параметра
Общая длина капилляра, см	50
Внутренний диаметр капилляра, мкм	50
Температура термостатирования, °С	20
Длина волны, нм	190
Ввод пробы гидродинамический, мбар · с	450
Напряжение, кВ	Минус 17
Фоновый электролит	Раствор по 8.5.6

А.2 Пример электрофореграммы подготовленной пробы хлебобулочного изделия приведен на рисунке А.2. Найдено: пропионовой кислоты 2600 мг/кг.



1 — пропионовая кислота; *2* — молочная кислота

Рисунок А.2 — Электрофореграмма подготовленной пробы хлебобулочного изделия

Электрофореграмма подготовленной пробы получена в условиях, приведенных в таблице А.1.

Библиография

[1] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.66:006.354 ОКС 67.060

Ключевые слова: хлебобулочные изделия, массовая доля пропионовой кислоты, метод капиллярного электрофореза, кварцевый капилляр

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.10.2023. Подписано в печать 02.11.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,40.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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