ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ГОСТ Р 51428-2006

Соки фруктовые

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИННОЙ КИСЛОТЫ С ПОМОЩЬЮ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Сокі з садавіны

МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ЗМЯШЧЭННЯ ВІННАЙ КІСЛАТЫ З ДАПАМОГАЙ ВЫСОКАЭФЕКТЫЎНАЙ ВАДКАСНАЙ ХРАМАТАГРАФІІ

(ГОСТ Р 51428-99, IDT)

Издание официальное

БЗ 12-2006

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.813:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС 67.080.10 КП 03 IDT

Ключевые слова: сок виноградный, кислота винная, определение содержания, хроматография высокоэффективная жидкостная

ОКП РБ 15.32.10

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 декабря 2006 г. № 65

3 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 51428-99 «Соки фруктовые. Метод определения содержания винной кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии», разработанному на основе европейского стандарта EN 12137:1997 «Соки фруктовые и овощные. Определение винной кислоты в виноградном соке. Высокоэффективный жидкостно-хроматографический метод».

Разработан Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП).

Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

Официальные экземпляры национального стандарта Российской Федерации, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Сведения о соответствии национального стандарта Российской Федерации, на который дана ссылка, государственному стандарту, принятому в качестве идентичного государственного стандарта, приведены в приложении Д.А

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Подготовка к проведению испытаний 2
7 Проведение испытаний 2
8 Обработка и оформление результатов 3
Приложение А (справочное) Библиография 5
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии национального стандарта Российской Федерации, на который дана ссылка, государственному стандарту, принятому в качестве идентичного государственного стандарта 6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Соки фруктовые
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИННОЙ КИСЛОТЫ С ПОМОЩЬЮ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Сокі з садавіны
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ЗМЯШЧЭННЯ ВІННАЙ КІСЛАТЫ З ДАПАМОГАЙ ВЫСОКАЭФЕКТЫЎНАЙ ВАДКАСНАЙ ХРАМАТАГРАФІІ

Fruit juices
Method for determination of tartaric acid content using high performance liquid chromatography

Дата введения 2007-06-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на виноградный сок и подобные ему продукты, содержащие виноградный сок, и устанавливает метод определения содержания (массовой концентрации или массовой доли) винной кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Диапазон определения массовой концентрации (массовой доли) винной кислоты – от 1,0 до 10,0 г/дм^3 (г/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5817-77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671-85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясо-растительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

ГОСТ Р 51431-99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие технических нормативных правовых актов в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА) по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку

3 Сущность метода

Метод основан на определении массовой концентрации или массовой доли винной кислоты в виноградном соке с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с применением ионоэксклюзивной колонки и спектрофотометрического детектора в ультрафиолетовой области спектра.

При необходимости в развитие настоящего стандарта разрабатываются в установленном порядке методики выполнения измерений.

Издание официальное

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения – по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, высокого класса точности.

Весы лабораторные общего назначения – по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, среднего класса точности.

Жидкостный хроматограф, состоящий из:

– насоса высокого давления с верхним пределом давления не менее 25 МПа и диапазоном регулирования подачи растворителя от 0,1 до 5 $см^3$/мин;

– петлевого устройства ввода пробы с рабочим объемом петли от 0,010 до 0,020 $см^3$;

– спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны, позволяющего проводить измерение оптической плотности при длине волны 210 нм, снабженного проточной кварцевой кюветой вместимостью не более 0,01 $см^3$, с относительной погрешностью измерения оптической плотности не более 2 %;

– регистрирующего устройства (самописца или интегратора), позволяющего проводить измерения при чувствительности 0,2 мВ/см с погрешностью записи в рабочих условиях не более 0,5 %;

– термостата колонок, пригодного для поддержания рабочей температуры 40 °С;

– колонки длиной 300 мм, внутренним диаметром 7,8 мм, заполненной ионоэксклюзивным сорбентом на основе сополимера стирола с дивинилбензолом с привитыми сульфогруппами в водородной форме размером частиц 10 мкм;

– предколонки, заполненной катионитом в водородной форме.

Микрошприц вместимостью, обеспечивающей полное заполнение петли инжектора.

Колбы мерные – по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100 и 500 $см^3$.

Пипетки – по ГОСТ 29227 типа 2, исполнения 1, 1-го класса точности, вместимостью 10 и 25 $см^3$.

Фильтры мембранные размером пор не более 0,5 мкм.

Кислота серная – по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота винная – по ГОСТ 5817, ч. д. а.

Вода для лабораторного анализа по категории 1 [1].

Допускается использование других средств измерений, лабораторного оборудования и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающими указанным выше.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб – по ГОСТ 26313.

5.2 Подготовка проб к испытаниям – по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с ТНПА или техническим документом на конкретный вид продукта. Относительную плотность разбавленной пробы определяют по ГОСТ Р 51431 и найденное значение указывают в протоколе испытаний.

6 Подготовка к проведению испытаний

Для приготовления растворов, используемых при проведении испытания, и подвижной фазы для ВЭЖХ используют только воду категории 1 по [1].

6.1 Приготовление градуировочных растворов

Готовят серию градуировочных растворов винной кислоты в диапазоне массовых концентраций от 100 до 500 мг/$дм^3$. Для этого навеску винной кислоты массой 50 мг переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в небольшом количестве воды, объем содержимого в колбе доводят водой до метки. Получают градуировочный раствор винной кислоты массовой концентрации 500 мг/$дм^3$. Остальные градуировочные растворы готовят точным разведением первого раствора в соответствующее количество раз.

7 Проведение испытаний

7.1 Приготовление раствора пробы для хроматографического анализа

Проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 – 50 $см^3$ (25 – 50 г) помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют около 300 $см^3$ горячей воды температурой 80 °С – 85 °С, тщательно перемешивают и оставляют для охлаждения до комнатной температуры, после чего объем содержимого в колбе доводят до отметки водой, перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр. Фильтрат используют для хроматографического анализа.

7.2 Хроматографический анализ

Хроматографический анализ градуировочных растворов и растворов пробы, приготовленных по 7.1, проводят при следующих условиях:

– состав подвижной фазы – раствор серной кислоты c (H_2SO_4) = 0,005 моль/$дм^3$;

– скорость потока подвижной фазы – 0,6 $см^3$/мин (для предотвращения чрезмерного давления скорость потока при кондиционировании колонки повышают постепенно, начиная с 0,2 $см^3$/мин);

– длина волны детектора – 210 нм;

– температура колонки – 40 °С;

– объем анализируемого раствора – полное заполнение петли инжектора;

– длительность анализа – 20 мин;

– ориентировочное время удерживания винной кислоты – 10 мин.

Анализ градуировочных растворов проводят непосредственно перед анализом каждой серии растворов проб.

Регистрируют высоту пика винной кислоты.

8 Обработка и оформление результатов

По результатам анализа градуировочных растворов строят градуировочный график зависимости высоты пика винной кислоты от ее массовой концентрации.

По градуировочному графику определяют массовую концентрацию винной кислоты в растворе пробы, соответствующую высоте пика винной кислоты на хроматограмме раствора пробы.

Массовую концентрацию винной кислоты в пробе x_1, г/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{cV_1}{V_2} \cdot 10^{-3}, \quad (1)$$

где c – массовая концентрация винной кислоты в растворе пробы, определенная по градуировочному графику, мг/$дм^3$;

V_1 – объем приготовленного по 7.1 раствора пробы, $см^3$;

V_2 – объем пробы, взятый для приготовления раствора пробы по 7.1, $см^3$.

Массовую долю винной кислоты x_2, г/кг, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{cV_1}{m} \cdot 10^{-3}, \quad (2)$$

где m – масса навески пробы, взятой для приготовления раствора пробы по 7.1, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов в течение возможно минимального интервала времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости 6 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости 15 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли винной кислоты при соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, не превышают ± 10,5 % (P = 0,95).

В протоколе испытаний указывают:

– информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид продукта, происхождение, шифр);

– ссылку на настоящий стандарт;

– дату и способ отбора проб (по возможности);

– дату получения пробы для испытаний;

– дату проведения испытаний;

– результат испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;

– соблюдение норматива контроля сходимости результатов;

– особенности проведения испытаний (разведение концентрированной пробы, относительную плотность разведенной пробы и пр.);

– отклонения условий проведения испытаний от описанных в стандарте, которые могли повлиять на результат испытаний.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1]	Международный стандарт ISO 3696:1987 (ИСО 3696:1987)	Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии национального стандарта Российской Федерации, на который дана ссылка, государственному стандарту, принятому в качестве идентичного государственного стандарта

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ГОСТ Р 51431-99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности	IDT	СТБ ГОСТ Р 51431-2006 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 16.01.2007. Подписано в печать 08.02.2007. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.- изд. л. 0,34 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru