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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33975— 2016

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение катионов (калия, натрия, кальция и магния) методом ионообменной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС) при участии Акционерного общества «Мултон» (АО «Мултон»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2016 г. № 93-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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 марта 2017 г. № 90-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33975—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2017

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 Сущность метода . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, посуда и материалы . . . 2
5 Отбор проб . . . 3
6 Подготовка к проведению измерений . . . 3
7 Проведение измерений . . . 6
8 Обработка результатов измерений . . . 7
9 Метрологические характеристики . . . 7
10 Оформление результатов измерений . . . 8
11 Контроль качества результатов измерений . . . 8
12 Требования безопасности . . . 8
Приложение А (рекомендуемое) Приготовление растворов катионов из солей . . . 9
Приложение Б (справочное) Формулы для вычисления характеристик хроматографической колонки 10
Библиография . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение катионов (калия, натрия, кальция и магния) методом ионообменной хроматографии

Juice products.
Determination of cations (potassium, sodium, calcium and magnesium) by ion exchange chromatography method

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соковую продукцию из фруктов и овощей, а также на воду для их подготовки и устанавливает метод ионной хроматографии для измерения (определения) массовой концентрации (массовой доли) катионов: калия, натрия, кальция и магния.

Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) катионов составляет от 1,0 до 20,0 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) без учета разбавления и концентрирования проб. Допускается разбавление проб при высоком содержании катионов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ ISO 3696—2013** Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 4142—77 Реактивы. Кальций азотнокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия.

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

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

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 26313—2014 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 22967—90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

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

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на процессах ионного обмена, приводящих к разделению катионов калия, натрия, кальция и магния на разделительной хроматографической колонке, заполненной сорбентом на основе сополимера поливинилового спирта с привитыми карбоксильными группами.

Детектирование ионов осуществляется с помощью кондуктометрического детектора.

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

4.1 Хроматограф ионный, снабженный программным обеспечением для сбора и обработки данных, с кондуктометрическим детектором, снабженный системой сбора и обработки данных, обеспечивающий относительное стандартное отклонение выходного сигнала по высоте и площади пика не более 3 % и не более 1 % по времени удерживания.

4.2 Колонка хроматографическая, заполненная пористым сополимером поливинилового спирта с привитыми карбоксильными группами**. Требования к характеристикам колонки приведены в 6.4.2.

4.3 Колонка защитная (предколонка), заполненная тем же сорбентом, что и колонка хроматографическая.

4.4 Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,02 мг.

4.5 Пипетки градуированные 1–2–2–1, 1–2–2–2, 1–2–2–5, 1–2–2–10 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

4.6 Цилиндры мерные 1–100–2 или других исполнений по ГОСТ 1770.

4.7 Колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

4.8 Центрифуга лабораторная любой марки, обеспечивающая фактор разделения (*g*-фактор) не менее 1000.

4.9 Система фильтрации и дегазации жидкостей.

4.10 Вода по ГОСТ ISO 3696, не ниже 1-й степени чистоты.

4.11 Межгосударственные или метрологически обеспеченные в национальной системе измерений государства, принявшего стандарт, государственные стандартные образцы*** состава водного раствора ионов калия, натрия, кальция и магния массовой концентрации 1,0 г/дм^3 с относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1,0 % (при доверительной вероятности P = 0,95).

---

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

** Например, хроматографическая колонка «Shodex IC YS-50» (4,6 × 125 мм) компании Phenomenex, снабженная защитной колонкой (предколонкой) «Shodex IC YS-50» (10 × 4,6 мм). Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является поддержкой указанного продукта.

*** В Российской Федерации — государственный стандартный образец утвержденного типа (ГСО).

4.12 Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или по ГОСТ 4461, х. ч.

4.13 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, оптическая плотность относительно дистиллированной воды при 200 нм не более 0,025, массовая доля воды не более 0,03 %.

4.14 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

4.15 Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч. или калий азотнокислый по ГОСТ 4217, х. ч.

4.16 Кальций азотнокислый 4-водный по ГОСТ 4142, х. ч.

4.17 Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, х. ч.

4.18 Емкости из полимерных материалов (полиэтилен высокого давления, полипропилен, фторопласт) с завинчивающимися крышками вместимостью 100, 500 и 1000 $см^3$.

4.19 Пробирки центрифужные с завинчивающимися крышками вместимостью 15 $см^3$.

4.20 Виалы вместимостью от 1,0 до 2,0 $см^3$.

4.21 Шприц медицинский стеклянный вместимостью 5—10 $см^3$ по ГОСТ 22967.

4.22 Фильтры мембранные с насадкой на шприц с размером диаметра пор 0,45 мкм.

4.23 Фильтры мембранные диаметром 47 мм с размером диаметра пор мембраны 0,45 и 0,20 мкм.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеуказанных и вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

5 Отбор проб

Отбор и хранение проб соковой продукции проводят в соответствии с ГОСТ 26313.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Общие положения

Перед началом работ колонку кондиционируют подвижной фазой, приготовленной по 6.2, в течение 30 мин до установления динамического равновесия.

6.2 Приготовление подвижной фазы

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают ориентировочно 200 $см^3$ воды для анализа и осторожно при перемешивании приливают 0,28 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (см. 4.12), доводят водой до метки и перемешивают. Затем раствор азотной кислоты смешивают с 30 $см^3$ ацетонитрила (см. 4.13), тщательно перемешивают и дегазируют под вакуумом в течение 15 мин и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Срок хранения подвижной фазы в емкости из полимерного материала — не более семи дней при условии визуального отсутствия нерастворимых веществ и примесей. Растворы, хранящиеся более двух дней, перед применением фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,20 мкм.

Примечание — Допускается использование подвижной фазы иного состава в соответствии с рекомендациями изготовителей колонки и хроматографа. Применяемая подвижная фаза должна обеспечить параметры хроматографического разделения катионов по 6.4.2.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление основного раствора смеси катионов калия, натрия, кальция и магния массовой концентрации 100 мг/$дм^3$ каждого катиона

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают пипеткой по 5 $см^3$ стандартных образцов состава водных растворов соответствующих катионов (см. 4.11), доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора в сосуде из полимерного материала при температуре 4 °С—8 °С — не более одного месяца.

Примечания

1 Допускается приготовление основного раствора с использованием многокомпонентных ГСО (МСО).

2 Допускается приготовление основного раствора с использованием растворов, приготовленных из солей в соответствии с приложением А. Объем аликвоты каждого из растворов составляет 5 $см^3$.

6.3.2 Приготовление градуировочных растворов смеси катионов

Градуировочные растворы готовят путем разбавления основного раствора смеси катионов, приготовленного по 6.3.1, водой (см. 4.10) непосредственно перед проведением градуировки хроматографа,

руководствуясь схемой, представленной в таблице 1. Для этого в шесть мерных колб вместимостью 50 $см^3$ помещают пипеткой указанный в таблице 1 объем основного раствора смеси катионов, доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Таблица 1

№ градуировочного раствора	Компонент	Объем основного раствора смеси катионов, приготовленного по 6.3.1, $см^3$	Массовая концентрация (массовая доля), $мг/дм^3$ ($млн^{-1}$)
6	Натрий	10,0	20,0
	Калий		
	Магний		
	Кальций		
5	Натрий	7,5	15,0
	Калий		
	Магний		
	Кальций		
4	Натрий	5,0	10,0
	Калий		
	Магний		
	Кальций		
3	Натрий	2,5	5,0
	Калий		
	Магний		
	Кальций		
2	Натрий	1,25	2,5
	Калий		
	Магний		
	Кальций		
1	Натрий	0,5	1,0
	Калий		
	Магний		
	Кальций		

6.4 Подготовка хроматографа к работе

6.4.1 Общие положения

Подготовку хроматографа к работе и его выключение после завершения работы проводят в соответствии с руководством по эксплуатации. Задают температуру детектора 30 °С. Устанавливают объемную скорость потока подвижной фазы и объем дозирования пробы, рекомендованные изготовителем хроматографа и колонки в зависимости от типоразмера колонки. Для колонки, указанной в 4.2, рекомендуемая скорость потока подвижной фазы составляет 1,0 $см^3$/мин, а объем дозирования — 50 $мм^3$.

6.4.2 Проверка стабильности характеристик колонки

Проверку стабильности хроматографической колонки в процессе эксплуатации проводят не реже одного раза в две недели.

Регистрируют пробную хроматограмму градуировочного раствора № 4 (см. 6.3.2) и, используя программное обеспечение к хроматографу, находят время удерживания пика каждого катиона, число теоретических тарелок и коэффициент асимметрии, а также разрешение соседних пиков (см. приложение Б).

Характеристики колонки признают приемлемыми при выполнении следующих условий:

- время удерживания соответствующего хроматографического пика отличается от значения, полученного в предыдущий период, не более чем на 5 %;
- число теоретических тарелок не менее 1200 для натрия и магния и не менее 1500 для калия и кальция;
- коэффициенты асимметрии всех пиков не превышают 2,0;
- разрешение соседних пиков не менее 1,5.

При невыполнении хотя бы одного из условий находят и устраняют причину нестабильности, после чего заново проводят градуировку хроматографа по 6.5 или проводят замену колонки на новую.

Допускается программная коррекция времени удерживания пика определенного компонента при условии положительного результата контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 6.6).

6.5 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят при смене хроматографических колонок, изменении условий хроматографического анализа (например, объемной скорости подачи подвижной фазы) или при неудовлетворительных результатах контроля стабильности ранее установленной градуировочной характеристики.

Для градуировки хроматографа используют градуировочные растворы (см. 6.3.2).

Регистрируют хроматограммы градуировочных растворов, начиная с растворов низких концентраций, не менее двух раз. Используя программное обеспечение к хроматографу, на хроматограммах идентифицируют пики катионов, вычисляют значения площадей пиков и для каждого катиона устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости площади пика (S, мкСм · с) от массовой концентрации с, мг/дм^3

$$S = k \cdot c + b, \tag{1}$$

где k — градуировочный коэффициент, дм^3 · мг$^{-1}$ · мкСм · с;

b — градуировочный коэффициент, мкСм · с.

При этом градуировочные коэффициенты k, дм^3 · мг$^{-1}$ · мкСм · с, и b, мкСм · с, рассчитывают методом наименьших квадратов по следующим формулам:

$$k = \frac{m\sum_{i=1}^{m} c_i S_i - \sum_{i=1}^{m} c_i \sum_{i=1}^{m} S_i}{m\sum_{i=1}^{m} c_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{m} c_i\right)^2}, \tag{2}$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^{m} S_i \sum_{i=1}^{m} c_i^2 - \sum_{i=1}^{m} c_i \sum_{i=1}^{m} c_i S_i}{m\sum_{i=1}^{m} c_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{m} c_i\right)^2}, \tag{3}$$

где m — количество градуировочных растворов;

c_i — массовая концентрация катиона в i-м градуировочном растворе, мг/дм^3;

S_i — площадь пика соответствующего катиона при анализе i-го градуировочного раствора, мкСм · с.

Примечание — Градуировочная зависимость в массовых концентрациях может использоваться для вычислений содержания катионов в массовых долях.

После завершения градуировки хроматографа проверяют приемлемость градуировочной характеристики, используя для этого вычисленный программой коэффициент корреляции, который должен быть не менее 0,99. При невыполнении этого условия градуировку хроматографа повторяют.

6.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы и периодически в процессе работы, используя для этого заново приготовленные градуировочные растворы № 4 и № 6 (контрольные растворы).

Регистрируют хроматограммы контрольных растворов и, используя градуировочную характеристику, при помощи программного обеспечения вычисляют массовую концентрацию (массовую долю)

катионов. Градуировочная характеристика признается стабильной при выполнении для обоих контрольных растворов условия

$$\frac{|C_{к,j} - C_{к0,j}|}{C_{к0,j}} \cdot 100 \leq 0{,}7 \cdot \delta_j, \quad (4)$$

где j — номер, обозначающий определенный катион;

$C_{к,j}$ — измеренное значение массовой концентрации (массовой доли) j-го катиона в контрольном растворе, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$C_{ко,j}$ — фактическое значение массовой концентрации (массовой доли) j-го катиона в контрольном растворе, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

δ_j — границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95 (см. таблицу 2).

7 Проведение измерений

7.1 Условия проведения измерений

Испытания проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха . . . . . (25 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха, не более . . . . . 80 %;
- атмосферное давление . . . . . от 87,0 до 107 кПа.

7.2 Подготовка проб для измерений

7.2.1 Осветленные соки, нектары и сокосодержащие напитки, не содержащие нерастворимые в воде вещества, разбавляют в 100 раз. Для этого 1 см^3 пробы помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой для анализа и перемешивают. Отбирают в медицинский шприц через иглу ориентировочно 2 см^3 полученного раствора, заменяют иглу на дисковый фильтр с размером пор 0,45 мкм и отфильтровывают в виалу приблизительно 1 см^3 этого раствора. Фильтрат используют для хроматографического анализа.

7.2.2 Соки, нектары, морсы и сокосодержащие напитки с мякотью или содержащие нерастворимые в воде вещества разбавляют в 100 раз. Для этого соответственно 1 см^3 пробы помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой для анализа и перемешивают. Затем центрифугируют, используя центрифужные пробирки (см. 4.19), со скоростью, обеспечивающей фактор разделения не менее 1000 g, в течение 10 мин. После этого отбирают в медицинский шприц через иглу ориентировочно 2 см^3 центрифугата, заменяют иглу на дисковый фильтр с размером пор 0,45 мкм и отфильтровывают в виалу приблизительно 1 см^3 этого центрифугата. Фильтрат используют для хроматографического анализа.

7.2.3 Концентрированные соки (пюре) различных фруктов, ягод и овощей разбавляют весовым методом в 500 раз. Для этого взвешивают соответственно от 0,10 до 0,15 г пробы (масса m_X, г) с погрешностью ±0,001 г и добавляют воду для анализа до суммарной массы ($m_{общ}$, г) от 50 до 75 г, которую также регистрируют с погрешностью ±0,001 г. Если концентрированный сок (пюре) содержит мякоть или нерастворимые в воде вещества, то пробу центрифугируют аналогично 7.2.2.

Затем отбирают в медицинский шприц через иглу ориентировочно 2 см^3 полученного раствора (центрифугата), заменяют иглу на дисковый фильтр с размером пор 0,45 мкм и отфильтровывают в виалу приблизительно 1 см^3 этого раствора (центрифугата). Фильтрат используют для хроматографического анализа.

7.2.4 Воду, используемую для производства соковой продукции, анализируют без разбавления прямым вводом в хроматографическую колонку.

7.3 Проведение хроматографических измерений

Регистрируют хроматограммы проб, подготовленных по 7.2.1—7.2.3, и хроматограмму воды, подготовленной по 7.2.4, и идентифицируют пики катионов по совпадению времени удерживания в подготовленной пробе со временем удерживания, полученным при контроле стабильности градуировочной характеристики. Используя программное обеспечение к хроматографу, вычисляют площади пиков ($S_{изм}$, мкСм · с) и массовую концентрацию (массовую долю) катионов в подготовленной пробе [$c_{изм}$, мг/дм^3 (млн$^{-1}$)].

8 Обработка результатов измерений

8.1 Если подготовку пробы проводили в соответствии с 7.2.1 или 7.2.2, то массовую концентрацию натрия, калия, магния и кальция в пробе C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{c_{изм} \cdot V_2}{V_1}, \quad (5)$$

где $c_{изм}$ — измеренное по 7.3 значение массовой концентрации соответствующего катиона в подготовленной пробе, мг/дм^3;

V_2 — объем мерной колбы, взятый для разбавления пробы, см^3;

V_1 — объем пробы, отобранный для анализа, см^3.

За результат измерений массовой концентрации калия, натрия, магния, кальция в пробе принимают среднеарифметическое значение ($\overline{C}$, мг/дм^3) результатов двух параллельных определений (C_1 и C_2, мг/дм^3) при выполнении условия

$$100 \cdot \frac{|C_1 - C_2|}{\overline{C}} \le r_{отн}, \quad (6)$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое C_1 и C_2, мг/дм^3;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (см. таблицу 2), %.

8.2 Если подготовку пробы проводили согласно 7.2.3, то массовую долю натрия, калия, магния и кальция в пробе X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c_{изм} \cdot m_{общ}}{m_X}, \quad (7)$$

где $c_{изм}$ — измеренное по 7.3 значение массовой доли соответствующего катиона в подготовленной пробе, млн$^{-1}$;

$m_{общ}$ — масса анализируемой пробы с добавкой воды (см. 7.2.3), г;

m_X — масса анализируемой пробы, г.

За результат измерений массовой доли калия, натрия, магния, кальция в пробе принимают среднеарифметическое значение (X, млн$^{-1}$) результатов двух параллельных определений (X_1 и X_2, млн$^{-1}$) при выполнении условия

$$100 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}} \le r_{отн}, \quad (8)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение X_1 и X_2, (млн$^{-1}$);

$r_{отн}$ — предел повторяемости (см. таблицу 2), %.

При невыполнении условий (6) и (8) получают еще два результата измерений в соответствии с разделом 7 и затем используют методы проверки приемлемости четырех результатов параллельных определений и установления результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

9 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений, мг/дм^3 (млн$^{-1}$)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях повторяемости при P = 0,95) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) ± δ, %
Натрий, калий, магний, кальций			
От 1,0 до 20,0 включ.	11	13	9

10 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результаты измерений массовой концентрации калия, натрия, кальция, магния представляют в виде

$$\overline{C} \pm \Delta_C, \tag{9}$$

где $\overline{C}$ — результат измерений, полученный в соответствии с 8.1, мг/дм^3;

Δ_C — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации натрия, калия, магния, кальция (P = 0,95), мг/дм^3, которые вычисляют по формуле

$$\overline{\Delta}_C = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \tag{10}$$

где δ — показатель точности (см. таблицу 2), %.

Результат измерений округляют до двух значащих цифр.

Результаты измерений массовой доли калия, натрия, кальция, магния (при подтвержденном в лаборатории соответствии порядка проведения измерений требованиям настоящего стандарта) представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_X, \tag{11}$$

где $\overline{X}$ — результат измерений, полученный в соответствии с 8.2, млн$^{-1}$;

Δ_X — границы абсолютной погрешности измерений массовой доли натрия, калия, магния, кальция (P = 0,95), млн$^{-1}$, которые вычисляют по формуле

$$\overline{\Delta}_X = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \tag{12}$$

где δ — показатель точности (см. таблицу 2), %.

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

11 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает организацию и проведение внутрилабораторного контроля с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6) или по [1].

12 Требования безопасности

12.1 Условия безопасного проведения работ

При проведении измерений следует соблюдать требования:

- электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и технической документации на хроматограф;
- пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- безопасности при работе с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

12.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие руководство по эксплуатации ионного хроматографа. Первое применение метода в лаборатории должно проводиться под руководством специалиста, владеющего теорией ионной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(рекомендуемое)

Приготовление растворов катионов из солей

А.1 Растворы катионов натрия, калия, кальция и магния массовой концентрации 1 г/дм^3, которые могут быть использованы для приготовления основного раствора смеси катионов по 6.3.1, могут быть получены с использованием соответствующих солей.

А.2 Приготовление раствора катионов натрия массовой концентрации 1 г/дм^3

(0,2542 ± 0,0001) г хлористого натрия (см. 4.14) растворяют в стакане приблизительно в 50 см^3 воды для анализа, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой для анализа до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 мес в сосуде из полимерного материала.

А.3 Приготовление раствора катионов калия массовой концентрации 1 г/дм^3

(0,1907 ± 0,0001) г хлористого калия или (0,2586 ± 0,0001) г азотнокислого калия (см. 4.15) растворяют в стакане приблизительно в 50 см^3 воды для анализа, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой для анализа до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 мес в сосуде из полимерного материала.

А.4 Приготовление раствора катионов кальция массовой концентрации 1 г/дм^3

(0,5892 ± 0,0001) г азотнокислого 4-водного кальция (см. 4.16) растворяют в стакане приблизительно в 50 см^3 воды для анализа, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой для анализа до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 мес в сосуде из полимерного материала.

А.5 Приготовление раствора катионов магния массовой концентрации 1 г/дм^3

(1,0140 ± 0,0001) г сернокислого 7-водного магния (см. 4.17) растворяют в стакане приблизительно в 50 см^3 воды для анализа, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой для анализа до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 мес в сосуде из полимерного материала.

Приложение Б
(справочное)

Формулы для вычисления характеристик хроматографической колонки

Б.1 Число теоретических тарелок рассчитывают по формуле

$$N = 16 \cdot \left(\frac{t_R}{W_b}\right)^2 = 5{,}545 \cdot \left(\frac{t_R}{W_h}\right)^2, \quad (Б.1)$$

где t_R — время удерживания пика, мин;
W_b — ширина пика у основания, мин;
W_h — ширина пика на его полувысоте, мин.

Б.2 Разрешение (R_s) рассчитывают по формуле

$$R_s = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{(W_{b1} + W_{b2})}, \quad (Б.2)$$

где t_{R2}, t_{R1} — время удерживания двух пиков, мин;
W_{b1}, W_{b2} — ширина пиков у основания, мин.

Б.3 Коэффициент асимметрии A_s рассчитывают по формуле

$$A_s = \frac{A}{B}, \quad (Б.3)$$

где A и B — две полуширины пика на высоте 10 % от высоты в максимуме, измеренные справа и слева от максимума соответственно, мин.

В таблицах Б.1 и Б.2 приведены характеристики, полученные для хроматографической колонки (см. 4.2).

Таблица Б.1 — Время удерживания, число теоретических тарелок и коэффициент асимметрии пиков

Компонент	Время удерживания, мин	Число теоретических тарелок (N)	Коэффициент асимметрии (A_s)
Натрий	3,5 ± 0,2	1349	1,31
Калий	5,4 ± 0,3	1847	1,52
Магний	9,7 ± 0,5	1572	1,53
Кальций	12,9 ± 0,6	1854	1,38

Таблица Б.2 — Разрешение соседних пиков

Компоненты	Разрешение (R_s)
Натрий/Калий	4,58
Калий/Магний	5,96
Магний/Кальций	2,92

Библиография

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

УДК 543.544.14:664.863:006.354 МКС 67.080 67.080.01 Н69

Ключевые слова: продукция соковая, катионы, натрий, калий, магний, кальций, ионообменная хроматография, кондуктометрический детектор, массовая концентрация, массовая доля

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.03.2017. Подписано в печать 09.03.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 35 экз. Зак. 447.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru