МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33835— 2016

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Метод определения лимонной кислоты

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 Акционерным обществом «Академический центр сертификации и стандартизации продуктов питания «Академсертификат» (АО «Академсертификат»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 августа 2016 г. № 967-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33835—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, 2016

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 3
6 Отбор и подготовка проб 3
7 Приготовление растворов 4
8 Проведение определения 4
9 Обработка и оформление результатов определения 5
10 Проверка правильности результатов определения 6
11 Контроль качества результатов определения при реализации метода в лаборатории 7
12 Требования безопасности 7
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 8
Библиография 9

МКС 67.080.01

Поправка к ГОСТ 33835—2016 Продукция соковая. Метод определения лимонной кислоты

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 7 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Метод определения лимонной кислоты

Juice products.
Method for determination of citric acid

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары, сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы (далее — соковая продукция) и устанавливает метод ферментативного определения лимонной кислоты или ее соли (цитрата) в диапазоне массовых концентраций 0,0025—70,0000 г/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

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

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

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

ГОСТ ISO 2173—2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

Издание официальное

ГОСТ 4529—78 Реактивы. Цинк хлористый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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 26671—2014 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. 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 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 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **массовая концентрация лимонной кислоты:** Массовая концентрация лимонной кислоты, определенная в соответствии с методикой, установленной настоящим стандартом, выраженная в мг/дм^3.

3.1.2 **стандартная единица активности фермента Е:** Количество (активность) фермента, который служит катализатором для превращения $1 \cdot 10^{-6}$ моль вещества в минуту при температуре 25 °С.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ЦЛ — цитратлиаза (код фермента ЕС 4.1.3.6)**;

МДГ — малатдегидрогеназа (код фермента ЕС 1.1.1.37)**;

ЛДГ — лактатдегидрогеназа (код фермента ЕС 1.1.1.27)**;

$НАД^+$ — никотинамидадениндинуклеотид, окисленная форма;

НАДН — никотинамидадениндинуклеотид, восстановленная форма.

4 Сущность метода

Метод основан на ферментативном преобразовании ионов цитрата при участии ЦЛ с образованием оксалоацетата и пирувата, восстановлении их с помощью НАДН при участии МДГ и ЛДГ в ходе нижеприведенных ферментативных реакций (1)—(3), протекаемых при 7,8 ед. pH, спектрофотометрическом измерении количества израсходованного НАДН, которое эквивалентно количеству лимонной кислоты, содержащейся в продукции:

$$\text{Цитрат-ионы} \xrightarrow{\text{ЦЛ}} \text{оксалоацетат} + \text{ацетат} \qquad (1)$$

$$\text{Оксалоацетат} + \text{НАДН} + H^+ \xrightarrow{\text{МДГ}} \text{L-малат} + НАД^+ \qquad (2)$$

$$\text{Пируват} + \text{НАДН} + H^+ \xrightarrow{\text{ЛДГ}} \text{L-лактат} + НАД^+ \qquad (3)$$

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

** Номенклатура ферментов. Рекомендации Международного биохимического союза по номенклатуре и классификации ферментов, а также единицам ферментов и символам кинетики ферментативных реакций.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 340 нм, или фотометр фотоэлектрический с шириной спектральной полосы не более 10 нм и допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 %, или спектрофотометр с ртутной лампой, применяемой в качестве источника света, позволяющий проводить измерения восстановленной формы НАДН в интервале длин волн от 334 до 365 нм.

Кюветы из оптического стекла или полимерные с рабочей длиной 10 мм, пригодные для проведения фотометрических измерений в интервале длин волн от 334 до 365 нм.

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

Иономер или pH-метр в комплекте с электродом и погрешностью измерения ± 0,05 ед. pH.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, палочный типа А, I класса точности для измерений в диапазоне температур от 0 °С до 100 °С с пределом допускаемой погрешности ± 1 °С.

Пипетка 1–1–1 по ГОСТ 29227 вместимостью 1 и 10 $см^3$.

Дозаторы пипеточные объемом доз 1, 0,2 и 0,02 $см^3$, относительной погрешностью дозирования ± 1 %.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$.

Пробирка мерная вместимостью 10 $см^3$ со шлифом П–1–10–14/23, с пробкой по ГОСТ 1770.

Пробирка мерная вместимостью 5 $см^3$ со шлифом П–1–5–14/23, с пробкой по ГОСТ 1770.

Колба мерная 2–100–2 вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Бумага фильтровальная беззольная марки Ф-II по ГОСТ 12026.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор молярной концентрацией c (NaOH) = 5 моль/$дм^3$.

Цинк хлористый по ГОСТ 4529, ч. д. а., раствор массовой концентрацией m ($ZnCl_2$) = 800 мг/$дм^3$.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201, ч. д. а.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, ч. д. а., раствор молярной концентрацией c ($(NH_3)_2SO_4$) = 3,2 моль/$дм^3$.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрацией m ($C_6H_8O_7$) = 400 мг/$дм^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицилглицин, массовая доля основного вещества не менее 95 %.

Кофермент — НАДН, динатриевая соль, массовая доля основного вещества не менее 95 %.

Фермент — МДГ, суспензия с концентрацией ферментного белка 5 мг/$см^3$ и активностью 6000 Е/$см^3$.

Фермент — ЛДГ, суспензия с концентрацией ферментного белка 5 мг/$см^3$ и активностью 2750 Е/$см^3$.

Фермент — ЦЛ, сухой лиофилизат с содержанием ферментного белка около 30 мг/г.

Полиамид сухой порошкообразный, массовая доля основного вещества не менее 95 %.

Поливинилполипирролидон сухой порошкообразный, массовая доля основного вещества не менее 95 %.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательные устройства с техническими характеристиками, а также материалы, реактивы, включая их наборы, по качеству соответствующие вышеуказанным.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка к определению — по ГОСТ 26671.

6.2 Подготовка соковой продукции к определению

При высокой концентрации лимонной кислоты в пробе ее разводят дистиллированной водой до массовой концентрации лимонной кислоты от 0,02 до 0,4 г/$дм^3$. Полученный раствор используют для проведения определения.

Продукцию со стабильной мутной взвесью перед разбавлением тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026.

Интенсивно окрашенную соковую продукцию разбавляют до более низких массовых концентраций лимонной кислоты, чем указано выше. В качестве способа, альтернативного разбавлению, допускается обработка пробы сухим полиамидом (ПА) по технической документации или поливинилполипирролидоном (ПВПП) по технической документации. Для обработки к 10 $см^3$ пробы добавляют около 0,1 г ПА или ПВПП, затем перемешивают в течение 1 мин и фильтруют через фильтр из фильтровальной бумаги.

6.3 Подготовка к определению концентрированных фруктовых и овощных соков и концентрированной соковой продукции

Концентрированную соковую продукцию разбавляют дистиллированной водой до содержания растворимых сухих веществ, соответствующего требованиям [1]. Массовую долю растворимых сухих веществ определяют по ГОСТ ISO 2173. В случае высокой массовой концентрации лимонной кислоты пробу разводят повторно в соответствии с 6.2.

7 Приготовление растворов

7.1 Приготовление буферного раствора 7,8 ед. pH

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 7,13 г глицилглицина, растворяют в 70 $см^3$ дистиллированной воды и доводят pH раствора до 7,8 ед. pH, используя приблизительно 13 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации 5 моль/$дм^3$, затем приливают 10 $см^3$ раствора хлористого цинка массовой концентрацией 800 мг/$дм^3$ и объем доводят дистиллированной водой до метки.

Буферный раствор устойчив при температуре 4 °С в течение четырех недель при хранении в холодильнике.

7.2 Приготовление раствора НАДН

Для приготовления раствора 30 мг динатриевой соли НАДН и 60 мг двууглекислого натрия растворяют в пробирке вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 1770 в 6 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор устойчив при температуре 4 °С в течение четырех недель при хранении в холодильнике.

7.3 Приготовление смеси ферментов МДГ/ЛДГ

Для приготовления смеси ферментов 0,1 $см^3$ суспензии МДГ и 0,5 $см^3$ суспензии ЛДГ смешивают в пробирке вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 1770 с 0,4 $см^3$ раствора сернокислого аммония.

Суспензия МДГ/ЛДГ в растворе сульфата аммония устойчива при температуре 4 °С в течение одного года при хранении в холодильнике.

7.4 Приготовление раствора ЦЛ

Для приготовления раствора 168 мг лиофилизата ЦЛ растворяют в 1 $см^3$ охлажденной до температуры 1 °С — 2 °С дистиллированной воды (температуру контролируют термометром по ГОСТ 28498) в пробирке вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 1770. Активность фермента в полученном растворе будет составлять 1,25 Е/$см^3$.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4 °С в течение одной недели или не более четырех недель в замороженном состоянии при температуре не выше минус 18 °С.

8 Проведение определения

8.1 Определение проводят при температуре от 20 °С до 25 °С и относительной влажности 50 % — 55 %. Если обеспечивается достижение результатов, эквивалентных указанному выше температурному интервалу, допускается определение при постоянной выбранной температуре в интервале от 25 °С до 37 °С. Для дозирования определяемой пробы и растворов используют пипетки с делениями или пипеточные дозаторы. Растворы ферментов, коферментов и буфера вносят в кюветы соответствующими пипеточными дозаторами.

При использовании спектрофотометра с изменяемой длиной волны, измерения проводят только при длине волны 340 нм, при которой восстановленная форма НАДН показывает максимальный уровень поглощения. При использовании ртутной лампы проводят измерение спектра при длине волны 334 или 365 нм.

Пробы анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14).

8.2 В кювету спектрофотометра (фотометра) вносят 1,00 $см^3$ буферного раствора 7,8 ед. pH, 0,1 $см^3$ раствора НАДН, 0,20 $см^3$ раствора анализируемой пробы, 1,80 $см^3$ дистиллированной воды и 0,02 $см^3$ смеси ферментов МДГ/ЛДГ. Инкубационную смесь перемешивают, выдерживают в течение 5 мин и измеряют в спектрофотометре (фотометре) начальную оптическую плотность раствора $(A_1)_{проба}$ относительно воздуха.

При высоких значениях начальной оптической плотности (более 1,000) готовят новую пробу, используя 0,05 $см^3$ раствора НАДН. В этом случае рекомендуется также уменьшить объем раствора

анализируемой пробы в кювете, компенсируя снижение общего объема в кювете увеличением объема дистиллированной воды.

Если массовая концентрация лимонной кислоты в растворе анализируемой пробы менее 0,00002 г/см^3,то ее объем, вносимый в кювету, может быть увеличен до 2,00 см^3. В этом случае следует снизить на соответствующее значение объем дистиллированной воды, добавляемой в кювету, для поддержания на постоянном уровне общего объема инкубационной смеси в кювете.

При вычислении результатов необходимо учесть измененный объем раствора определяемой пробы в формуле (5).

8.3 К подготовленному в кювете по 8.2 раствору добавляют 0,02 см^3 раствора ЦЛ. Содержимое кюветы перемешивают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность $(A_2)_{\text{проба}}$ раствора. Окончание реакции проверяют путем повторного считывания показаний спектрофотометра через 2 мин. Реакция считается завершенной при максимальном отклонении результата повторного считывания показаний спектрофотометра с результатом измерения оптической плотности $(A_2)_{\text{проба}}$ в пределах ± 0,002 единиц оптической плотности. Если данное условие не выполняется, то определение повторяют по 8.1.

8.4 Контрольное определение

В кювету вносят 1,00 см^3 буферного раствора 7,8 ед. pH, 0,1 см^3 раствора НАДН, 2,00 см^3 воды и 0,02 см^3 суспензии ферментов МДГ/ЛДГ, содержимое перемешивают. Через 5 мин измеряют начальную оптическую плотность раствора $(A_1)_{\text{контроль}}$.

К подготовленному в кювете раствору добавляют 0,02 см^3 ЦЛ, перемешивают, выдерживают в течение 5—10 мин и измеряют оптическую плотность $(A_2)_{\text{контроль}}$.

9 Обработка и оформление результатов определения

Основой для вычисления результатов определения является линейная зависимость между количеством окисленного НАДН и количеством лимонной кислоты.

Разность измеренных значений оптических плотностей ΔA вычисляют по формуле

$$\Delta A = [(A_1)_{\text{проба}} - (A_2)_{\text{проба}}] - [(A_1)_{\text{контроль}} - (A_2)_{\text{контроль}}], \quad (4)$$

где $(A_1)_{\text{проба}} - (A_2)_{\text{проба}}$ — разница значений оптических плотностей A_1 и A_2 в кювете с пробой;

$(A_1)_{\text{контроль}} - (A_2)_{\text{контроль}}$ — разница значений оптических плотностей A_1 и A_2 в кювете с контрольным определением.

Если $(A_1)_{\text{контроль}} - (A_2)_{\text{контроль}}$ имеет отрицательное значение, то его суммируют со значением $(A_1)_{\text{проба}} - (A_2)_{\text{проба}}$

$$\Delta A = [(A_1)_{\text{проба}} - (A_2)_{\text{проба}}] + [(A_1)_{\text{контроль}} - (A_2)_{\text{контроль}}]. \quad (5)$$

Значение ΔA должно составлять не менее 0,100 ед. Если значение ΔA менее 0,05 единиц, то следует повторно приготовить пробу, увеличив ее навеску или уменьшив разбавление.

Если значение $(A_1)_{\text{проба}} - (A_2)_{\text{проба}}$ более 1,000 ед. (измерение при 340 или 334 нм) или более 0,500 ед. (измерении при 365 нм), то в пробе присутствует избыток лимонной кислоты. В этом случае пробу необходимо разбавить в соответствии с требованиями 6.2.

Массовую концентрацию лимонной кислоты в пробе C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{M \cdot V_1 \cdot F \cdot \Delta A}{\varepsilon \cdot l \cdot V_2 \cdot 1000}, \quad (6)$$

где M — молярная масса лимонной кислоты (безводная форма), 192,1 г/моль;

V_1 — суммарный объем раствора в кювете, см^3;

F — фактор разбавления пробы, вычисляемый как отношение объема разведенной пробы к объему, взятому для разбавления;

ΔA — разница оптических плотностей, вычисляемая по формуле (4);

ε — молярный коэффициент оптической плотности НАДН, при 340 нм — 6,3 дм$^3 \cdot$ ммоль$^{-1} \cdot$ см$^{-1}$, при 365 нм — 3,4 дм$^3 \cdot$ммоль$^{-1} \cdot$ см$^{-1}$ (ртутная лампа), при 334 нм — 6,18 дм$^3 \cdot$ммоль$^{-1} \cdot$ см$^{-1}$ (ртутная лампа);

l — рабочая длина кюветы, см;

V_2 — использованный объем раствора определяемой пробы, см^3.

Если нет отклонений от объемов, указанных в 8.2, то массовую концентрацию лимонной кислоты в пробе C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = 3{,}016 \frac{F \cdot \Delta A}{\varepsilon}, \quad (7)$$

где 3,016 — численный коэффициент, вычисляемый по части формулы (6) с учетом используемых в вычислении значений M, V_1, l, V_2 и 1000.

При использовании готовых наборов реактивов численный коэффициент 3,016 в формуле (7) может быть иным из-за изменения суммарного объема раствора в кювете.

При определении лимонной кислоты в концентрированных соках и соковой продукции, а также в соках и соковой продукции с высокой вязкостью и/или очень большим содержанием мякоти массовую долю лимонной кислоты в пробе C_1, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C \cdot V \cdot 1000}{m}, \quad (8)$$

где C — массовая концентрация лимонной кислоты в пробе, вычисленная по формуле (6), г/дм^3;

V — объем разведенной концентрированной соковой продукции или соковой продукции с высокой вязкостью и/или очень большим содержанием мякоти, см^3;

m — масса концентрированной соковой продукции или соковой продукции с высокой вязкостью и/или очень большим содержанием мякоти, взятых для разведения, г.

Окончательный результат определения в документах, предусматривающих их использование, представляют согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием метода определения.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, вычисленное до второго десятичного знака.

Абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, не должно превышать более чем в 5 % случаев значения показателя повторяемости r, г/дм^3, вычисляемого по формуле

$$r = 0{,}095 + 0{,}025\bar{a}, \quad (9)$$

где 0,095 и 0,025 — численные коэффициенты, полученные по результатам межлабораторных испытаний;

$\bar{a}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, г/дм^3.

Абсолютное расхождение между результатами двух определений, выполненных в условиях воспроизводимости, не должно превышать более чем в 5 % случаев значение показателя воспроизводимости R, г/дм^3, вычисляемого по формуле

$$R = 0{,}13 + 0{,}054\bar{a}, \quad (10)$$

где 0,13 + 0,054 — численные коэффициенты, полученные по результатам межлабораторных испытаний;

$\bar{a}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, г/дм^3.

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А.

В протоколе испытаний указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- дату и способ отбора проб (если это возможно);
- дату проведения определения;
- результаты определения;
- все рабочие условия, не установленные настоящим методом или касающиеся как необязательных, так и любых других подробностей, которые могут повлиять на конечный результат;
- все детали, необходимые для полной идентификации пробы.

10 Проверка правильности результатов определения

Правильность полученных результатов контролируют с помощью раствора лимонной кислоты массовой концентрации не более 400 мг/дм^3, который определяют по разделу 8 без предварительного разведения.

Если массовая концентрация лимонной кислоты, определенная в результате определения, составляет менее 95 % концентрации стандартного раствора, то определение следует повторить со свежеприготовленными растворами реактивов (буферного раствора, раствора НАДН, ЦЛ и смеси МДГ/ЛДГ).

11 Контроль качества результатов определения при реализации метода в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации метода осуществляют, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых определений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории. Контролируемый период устанавливают так, чтобы число результатов контрольных определений было от 20 до 30. При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

12 Требования безопасности

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

12.2 При выполнении определения соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

12.3 Помещение, в котором проводят определения, должно быть оборудовано общей проточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

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

12.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

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

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

12.8 К выполнению определения, обработке и оформлению результатов допускаются сотрудники, занимающие должность инженера и лаборанта, имеющие среднее специальное образование, опыт работы с лабораторным оборудованием и владеющие настоящим методом.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания, результаты которых представлены в таблице А.1, проведены в соответствии с требованиями ISO 5725. Испытание проведено под руководством отдела химии продуктов питания института имени Макса фон Питтенкоффа Федерального министерства здравоохранения (г. Берлин). Год проведения межлабораторных испытаний — 1983; число лабораторий, принявших участие в испытаниях — 20; число образцов соковой продукции — 4. Условия проведения межлабораторных испытаний идентичны условиям определения, установленным настоящим стандартом.

Таблица А.1

Наименование показателя	Соковая продукция			
	A	B	C	D
Число лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий, выбывших из испытания	16	17	15	16
Число выбывших лабораторий	4	3	5	4
Число признанных результатов	80	87	75	81
Среднее значение x, г/дм^3	2,56	5,74	8,58	10,15
Стандартное отклонение повторяемости S_r, г/дм^3	0,0528	0,0922	0,0956	0,1267
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	2,06	1,61	1,11	1,25
Показатель повторяемости r, г/дм^3	0,15	0,26	0,27	0,35
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, г/дм^3	0,0933	0,1512	0,2325	0,2214
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	3,64	2,63	2,71	2,18
Показатель воспроизводимости R, г/дм^3	0,26	0,42	0,65	0,62
Примечания 1 Существует линейная зависимость между r, R и x. 2 «А» — абрикосовый нектар, «В» — стандартный раствор, «С» — нектар из черной смородины, «D» — апельсиновый сок.				

Библиография

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

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.080.01 Н69

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, соковая продукция, нектары, сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, ферментативный метод, лимонная кислота, спектрофотометрическое определение

Редактор *Л. Л. Штендель*
Технический редактор *В. Ю. Фотиева*
Корректор *В. И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А. С. Тыртышного*

Сдано в набор 02.09.2016. Подписано в печать 05.09.2016. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 40 экз. Зак. 2098.

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