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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31669— 2012

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС) при участии Государственного научного учреждения «НИИ питания» Российской академии медицинских наук (ГНУ «НИИ питания» РАМН), Закрытого акционерного общества «Мултон» и Государственного научного учреждения «ВНИИ консервной и овощесушильной промышленности» (ГНУ «ВНИИКОП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 июля 2012 г. № 50)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(Поправка)

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 сентября 2012 г. № 435-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31669—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53766—2009[1)]

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ИЗДАНИЕ (ноябрь 2019 г.) с Поправкой (ИУС 6—2019, ИУС 7—2019)

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 сентября 2012 г. № 435-ст ГОСТ Р 53766—2009 отменен с 1 июля 2013 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

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 определения 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы 2
5 Отбор и подготовка проб 3
6 Подготовка к проведению определения 3
7 Проведение измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии 4
8 Обработка и оформление результатов определения 6
9 Контроль точности результатов определения 7
10 Требования безопасности 8
Приложение А (справочное) Хроматограмма стандартного раствора сахаров 9
Библиография 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Juice products. Determination of sucrose, glucose, fructose and sorbite by high performance liquid chromatography (HPLC)

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соковую продукцию: фруктовые и овощные соки, нектары, концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, сокосодержащие напитки, соковую продукцию из фруктов и овощей обогащенную и для детского питания (далее — соковая продукция) и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее — ВЭЖХ) для определения массовой концентрации или массовой доли сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита в отдельности.

Диапазоны определения массовой концентрации сахарозы, глюкозы или фруктозы — от 1,0 до 650,0 г/дм^3 включительно, сорбита — от 0,3 до 60,0 г/дм^3 включительно.

Диапазоны определения массовой доли сахарозы, глюкозы или фруктозы — от 1 ‰ до 650 ‰ включительно, сорбита — от 0,3 ‰ до 60 ‰ включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 22967 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы анализа

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

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

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

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

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

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений[2)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru) указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода определения

Метод основан на высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с рефрактометрическим детектором и термостатируемой хроматографической колонкой.

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

4.1 Хроматограф для ВЭЖХ с рефрактометрическим детектором и термостатируемой хроматографической колонкой по 4.2 и программно-аппаратным комплексом сбора и обработки данных.

4.2 Колонка аналитическая длиной 300 мм и внутренним диаметром 6,5 мм, заполненная сульфированным сополимером полистирола и дивинилбензола в кальциевой ионной форме размером частиц 30 мкм.

4.3 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

4.4 Микрошприцы для ВЭЖХ вместимостью 10, 100 и 250 мкл.

4.5 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 мг.

4.6 Мини-насос лабораторный (к установке для дегазации элюента).

4.7 Центрифуга лабораторная с величиной фактора разделения (g-фактор) 800—1000.

4.8 Аппарат для встряхивания проб типа АВУ-6С.

4.9 Фильтры мембранные с диаметром пор 0,20 или 0,45 мкм для фильтрования подвижной фазы и проб.

4.10 Фильтры обеззоленные.

4.11 Пипетки градуированные 1—2—2—25 2-го класса по ГОСТ 29227 или дозаторы пипеточные с аналогичным или изменяемым объемом доз с относительной погрешностью дозирования ± 1 % или импортные с аналогичными характеристиками.

4.12 Колбы мерные с притертой пробкой вместимостью 100, 1000 $см^3$ с одной меткой по ГОСТ 1770.

4.13 Шприц медицинский вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 22967.

4.14 Емкости для жидких проб (виалы) вместимостью 2—6 $см^3$.

4.15 Установка для дегазации элюента.

4.16 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336:

- колбы круглодонные вместимостью 1000 $см^3$,
- воронки лабораторные,
- стаканы вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

4.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.18 Вода для лабораторного анализа первой степени чистоты по [1].

4.19 Кальциевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (Са-ЭДТА) по ГОСТ 10652, раствор массовой концентрации 10—20 мг/дм^3.

4.20 Глюкоза с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

4.21 Фруктоза с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

4.22 Сахароза с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

4.23 Сорбит с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

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

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка проб — по ГОСТ 26671.

6 Подготовка к проведению определения

6.1 Приготовление подвижной фазы для жидкостной хроматографии

Для увеличения рабочего ресурса колонки готовят раствор Са-ЭДТА массовой концентрации 10—20 мг/дм^3 (в зависимости от рекомендаций производителя колонки).

Срок хранения подвижной фазы в плотно укупоренной посуде — одна неделя.

6.2 Подготовка проб для измерений

6.2.1 Для определения массовой концентрации сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита осветленную соковую продукцию, не содержащую нерастворимые в воде вещества, разбавляют дистиллированной водой по ГОСТ 6709 в соотношении 1 : 20. Для этого пипеткой по ГОСТ 29227 отбирают 5 см^3 пробы, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Затем 1—2 см^3 пробы отбирают в медицинский шприц по 4.13 через иглу, после этого заменяют иглу на фильтр с диаметром пор 0,45 или 0,20 мкм и отфильтровывают в виалу по 4.14.

6.2.2 Для определения массовой концентрации сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита соковую продукцию с мякотью или содержащую нерастворимые в воде вещества разбавляют в соотношении 1 : 20. Для этого пипеткой отбирают 5 см^3 пробы, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Затем пробу центрифугируют с фактором разделения не менее 990 g в течение 15 мин, после этого с помощью пипетки аккуратно отбирают 5 см^3 осветленного водного слоя, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. При необходимости после разбавления возможно повторное центрифугирование или фильтрование через бумажный фильтр.

Затем 1—2 см^3 пробы отбирают в медицинский шприц по 4.24 через иглу, после этого заменяют иглу на фильтр с диаметром пор 0,45 или 0,20 мкм и отфильтровывают в виалу.

6.2.3 Определение массовой доли сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита в концентрированных соках проводят после предварительного разбавления пробы дистиллированной водой весовым методом в соотношении 1:100. Для этого взвешивают около 0,5—1,0 г концентрированного сока с записью результата до третьего знака после запятой и массу доводят дистиллированной водой до получения общей массы пробы 50—100 г с записью результата до третьего знака после запятой. Полученную общую массу раствора также взвешивают с записью результата до третьего знака после запятой. Делением общей массы раствора на массу навески концентрированного сока вычисляют величину разбавления (разведения), которую учитывают при вычислениях. В случае, если концентрированный сок представляет собой пюре, при разбавлении которого образуются нерастворимые в воде вещества, проделывают процедуры пробоподготовки, описанные в 6.2.2.

Затем отбирают в медицинский шприц через иглу около 2 см^3 полученного раствора, заменяют иглу на фильтр с диаметром пор 0,20 мкм (для концентрированных соков, не содержащих нерастворимых в воде веществ) или с диаметром пор 0,45 мкм (для концентрированных соков, содержащих нерастворимые в воде вещества) и отфильтровывают в виалу 1 см^3 этого раствора.

6.2.4 Подготовку проб по 6.2.1, 6.2.2 проводят с целью определения массовой концентрации сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита, а по 6.2.3 — с целью определения массовой доли этих веществ.

6.2.5 При определении массовых концентраций или массовых долей сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита, выходящих за пределы, указанные в разделе 1 настоящего стандарта, изменяют разбавление анализируемой пробы.

6.3 Приготовление стандартных градуировочных растворов смеси сахаров (сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита)

Стандартные градуировочные растворы смеси сахаров (сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита) готовят для одновременной градуировочной зависимости по четырем точкам, от меньшей массовой концентрации или массовой доли сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита к большей, из основного стандартного раствора № 1 в соответствии с таблицей 1.

Стандартные градуировочные растворы смеси сахаров готовят непосредственно перед проведением измерений.

Для приготовления градуировочного раствора № 1 (основного) взвешивают по 1,60 г сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита в мерной колбе с записью результата до четвертого знака после запятой, растворяют в 40 $см^3$ воды для лабораторного анализа по 4.18, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой по 4.18 до метки и перемешивают.

Для приготовления градуировочных растворов № 2—4 отбирают пипетками соответствующие аликвоты градуировочного раствора № 1 в соответствии с таблицей 1, помещают их в мерные колбы и доводят водой по 4.18 до метки, тщательно перемешивая.

Порядок элюирования сахаров и сорбита следующий: сахароза, глюкоза, фруктоза, сорбит.

Таблица 1 — Приготовление стандартных градуировочных растворов смеси сахаров (сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита)

№ п/п	№ стандартного раствора	Вместимость мерной колбы, $см^3$	Способ приготовления	Массовая концентрация, $г/дм^3$, массовая доля, ‰
1	1 (основной)	100	Взвешивают по 1,60 г сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита в мерной колбе вместимостью 50 $см^3$ с записью результата до четвертого знака после запятой, растворяют в 40 $см^3$ воды по 4.18, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой по 4.18 до метки и тщательно перемешивают	16,0
4	2	50	Отбирают 1,56 $см^3$ раствора № 1, переносят в мерную колбу, доводят водой по 4.18 до метки и тщательно перемешивают	0,5
3	3	50	Отбирают 3,13 $см^3$ раствора № 1, переносят в мерную колбу, доводят водой по 4.18 до метки и тщательно перемешивают	1,0
2	4	50	Отбирают 12,5 $см^3$ раствора № 1, переносят в мерную колбу, доводят водой по 4.18 до метки и тщательно перемешивают	4,0
Примечание — Раствор № 4 используют в качестве одного из контрольных растворов в повседневных анализах, поскольку его массовая концентрация наиболее близка к среднему содержанию состава сахаров в анализируемых пробах.				

7 Проведение измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

7.1 Условия хроматографического анализа

Колонка аналитическая: длиной 300 мм и внутренним диаметром 6,5 мм, заполненная сульфированным сополимером полистирола и дивинилбензола в кальциевой ионной форме, размер частиц 30 мкм по 4.3.

Элюент: раствор Са-ЭДТА 0,03—0,1 $ммоль/дм^3$ по 4.19 или вода по 4.18.

Температура колонки: 80 °С — 90 °С (или рекомендуемая производителем колонки).

Детектирование: рефрактометрическое.

Скорость потока подачи элюента: 0,5 $см^3$/мин (или рекомендуемая производителем колонки).

Объем вводимой пробы: 10—20 мкл (объем вводимой пробы выбирают в соответствии с техническими характеристиками рефрактометрического детектора при оптимизации метода).

Пример хроматограммы модельной смеси сахарозы, фруктозы, глюкозы и сорбита приведен в приложении А.

7.2 Условия проведения измерений

Температура окружающего воздуха — (25 ± 5) °С;
атмосферное давление — (97 ± 10) кПа;
относительная влажность — (65 ± 15) %;
частота переменного тока — (50 ± 5) Гц;
напряжение в сети — (220 ± 10) В.

7.3 Построение градуировочной зависимости

Проводят хроматографический анализ всех градуировочных растворов смеси сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита.

Регистрируют площади пиков отдельных сахаров и строят градуировочный график — зависимость площади пика от массовой концентрации или массовой доли сахаров в градуировочном растворе.

Процедуры построения градуировочной зависимости выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством пользователя программным обеспечением.

Градуировочную зависимость выражают линейным уравнением:

$$y = kx. \quad (1)$$

Правильность построения градуировочной зависимости контролируется величиной достоверности аппроксимации R^2:

$$R^2 \geq 0{,}9997.$$

Из уравнения (1) следует, что площадь пиков градуировочных растворов сахаров и сорбита S ($mV \cdot c$ или $V \cdot c$) и их массовая концентрация или массовая доля c (г/$дм^3$ или ‰) находятся в соответствующей функциональной зависимости:

$$c = \frac{S}{k}, \quad (2)$$

где k — градуировочный коэффициент (г/$дм^3$/$mV \cdot c$)$^{-1}$

$$K = \frac{\sum (S_i \cdot c_i)}{\sum c_i^2}, \quad (3)$$

где S_i — площадь пика соответствующего вещества при анализе i-го стандартного раствора, $mAU \cdot c$ или $AU \cdot c$;

c_i — массовая концентрация или массовая доля соответствующего вещества при анализе i-го стандартного раствора, г/$дм^3$ или ‰.

Градуировочную зависимость строят при смене хроматографа, колонок, условий хроматографического анализа или при выявлении несоответствия метрологическим требованиям результатов оперативного контроля или внутреннего аудита.

7.4 Анализ проб

Проводят хроматографический анализ подготовленных проб по 6.2.1—6.2.3. Каждую пробу продукта анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2. Регистрируют площади пиков сахаров и сорбита. В случае, если площадь соответствующего пика выходит за границы диапазона градуировки хроматографа, готовят новую менее или более разбавленную пробу и анализ повторяют.

Пример хроматограммы стандартного раствора модельной смеси фруктозы, глюкозы, сахарозы и сорбита приведен в приложении А.

8 Обработка и оформление результатов определения

Массовую концентрацию или массовую долю сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита в пробе продукта рассчитывают по градуировочным зависимостям с учетом степени разведения. Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

Обработку хроматограмм и расчет количественных характеристик проводят с помощью программно-аппаратного комплекса сбора и обработки данных с использованием градуировочной зависимости:

$$c(X) = \frac{S_x \cdot V_2}{k \cdot V_1} \text{ или } c(X) = \frac{S_x \cdot m_{общ}}{k \cdot m(x)} \quad (4)$$

или по формулам с использованием стандартных градуировочных растворов смеси сахаров (сахарозы, глюкозы, фруктозы или сорбита):

$$c(X) = \frac{c_{ст} \cdot S_x \cdot V_2}{S_{ст} \cdot V_1} \text{ или } c(X) = \frac{c_{ст} \cdot S_x \cdot m_{общ}}{S_{ст} \cdot m(x)}, \quad (5)$$

где k — градуировочный коэффициент (г/дм^3/$mV \cdot$ с)$^{-1}$;

$c(X)$ — массовая концентрация (массовая доля) сахарозы, глюкозы, фруктозы или сорбита в анализируемой пробе, г/дм^3 (‰);

$c_{ст}$ — массовая концентрация (массовая доля) сахарозы, глюкозы, фруктозы или сорбита в стандартном растворе, г/дм^3 (‰);

S_x — площадь пика анализируемого вещества, $mV \cdot c$ или $V \cdot c$;

V_2 — вместимость мерной колбы, взятой для разбавления, см^3;

$S_{ст}$ — площадь пика анализируемого сахара в стандартном растворе, $mV \cdot c$ или $V \cdot c$;

V_1 — объем пробы, отобранный для измерения по 6.2.1—6.2.2, см^3;

$m_{общ}$ — масса пробы после разбавления по 6.2.3, г;

$m(X)$ — масса пробы до разбавления, г.

Результаты обработки обоими способами (программно-аппаратным и расчетным) должны сходиться.

Расхождение между двумя параллельными определениями (в процентах от среднего значения), выполненными в одной лаборатории, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) $r_{отн}$, приведенного в таблице 2, при вероятности $P = 0,95$.

При соблюдении этого условия за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $X_{ср}$, округленное до второго десятичного знака.

Границы относительной погрешности определения массовой концентрации (массовой доли) сахаров (сахарозы, глюкозы, фруктозы) и сорбита ± δ, %, при соблюдении условий, регламентированных настоящим методом, при вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Основные метрологические характеристики метода определения сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита

Метрологическая характеристика ($P = 0,95$; $n = 2$)	Сахароза		Глюкоза	
	Значение показателя при диапазонах измерений массовой концентрации, г/дм^3 (массовой доли, ‰)		Значение показателя при диапазонах измерений массовой концентрации, г/дм^3 (массовой доли, ‰)	
	От 1,0 до 50,0 включ.	Св. 50,1 до 650,0 включ.	От 1,0 до 50,0 включ.	Св. 50,1 до 650,0 включ.
Предел повторяемости (сходимости) $r_{отн}$, %	15	2	6	4
Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	22	5	16	6
Границы относительной погрешности ± δ, %	16	4	12	5
Предел обнаружения метода, г/дм^3 (‰)	0,3			

Окончание таблицы 2

Метрологическая характеристика (P = 0,95; n = 2)	Фруктоза		Сорбит	
	Значение показателя при диапазонах измерений массовой концентрации, г/дм^3 (массовой доли, ‰)		Значение показателя при диапазонах измерений массовой концентрации, г/дм^3 (массовой доли, ‰)	
	От 1,0 до 50,0 включ.	Св. 50,1 до 650,0 включ.	От 0,3 до 3,0 включ.	Св. 3,1 до 60,0 включ.
Предел повторяемости (сходимости) $r_{отн}$, %	12	5	17	7
Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	15	9	23	13
Границы относительной погрешности ± δ, %	11	6	16	10
Предел обнаружения метода, г/дм^3 (‰)	0,3		0,1	

Результат определения массовой концентрации (массовой доли) сахаров или сорбита представляют в следующем виде:

$$X_{ср} = \pm \Delta, \quad (6)$$

где $X_{ср}$ — среднее значение результатов двух параллельных определений, г/дм^3 (‰);

Δ — границы абсолютной погрешности определений, г/дм^3 (‰), рассчитанные по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X_{ср}}{100}. \quad (7)$$

9 Контроль точности результатов определения

9.1 Оперативный контроль повторяемости результатов определения

Оперативный контроль повторяемости результатов определения массовой концентрации или массовой доли сахаров проводят при получении каждого результата определения путем сравнения расхождения между результатами двух параллельных определений (в процентах от среднего значения), выполненных в условиях повторяемости с пределом повторяемости (сходимости), приведенным в таблице 2.

Повторяемость результатов признают удовлетворительной при условии

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 r_{отн} X_{ср}. \quad (8)$$

При превышении предела повторяемости (сходимости) определение повторяют. При повторном превышении указанного предела выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, их устраняют и определение повторяют.

9.2 Оперативный контроль воспроизводимости результатов определения

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых определений, которые получены в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости, приведенного в таблице 2. При превышении указанного предела воспроизводимости контрольное определение повторяют. При повторном превышении указанного предела воспроизводимости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

9.3 Оперативный контроль погрешности (точности) результатов определения

Оперативный контроль погрешности (точности) результатов определения осуществляют методом добавок с использованием реальных проб продуктов. Масса пробы должна соответствовать удвоенному количеству, необходимому для проведения измерения. Пробу делят на две равные части. В одну из них добавляют стандарт соответствующего компонента (сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита) в

таком количестве, чтобы добавка составляла 50 % — 150 % исходного содержания компонента в пробе, но не превышала верхней границы диапазона определения массовой концентрации или массовой доли компонента с учетом границ погрешности определения (см. таблицу 2). Обе части пробы подвергают измерениям в точном соответствии с описанием методики.

Результаты контрольных определений признают удовлетворительными, если погрешность определения массовой концентрации или массовой доли соответствующего компонента (сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита) в добавке не превышает норматива оперативного контроля погрешности (точности), то есть выполняется условие

$$|X_{доб} - X_{ср} - c_{доб}| \le K_{доб}, \quad (9)$$

где $X_{доб}$ — средний результат двух измерений в пробе с добавкой, г/дм^3 или ‰;

$X_{ср}$ — средний результат двух измерений в пробе без внесения добавки, г/дм^3 или ‰;

$c_{доб}$ — величина добавки, г/дм^3 или ‰;

$K_{доб}$ — норматив оперативного контроля погрешности, г/дм^3 или ‰.

При проведении внутрилабораторного контроля (P = 0,90) значение $K_{доб}$ рассчитывают по формуле

$$K_{доб} = 0{,}84 \cdot \frac{\delta}{100} \cdot \sqrt{X^2_{доб} + X^2_{ср}}. \quad (10)$$

При проведении внешнего контроля (P = 0,95) значение $K_{доб}$ рассчитывают по формуле

$$K_{доб} = \frac{\delta}{100} \cdot \sqrt{X^2_{доб} + X^2_{ср}}, \quad (11)$$

где δ — границы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли соответствующего компонента (сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита), указанные в таблице 2.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности проводят повторные контрольные измерения. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля погрешности (точности) устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ. При смене партий реактивов, экземпляров средств измерений и стандартов проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

10 Требования безопасности

10.1 Условия безопасного проведения работ

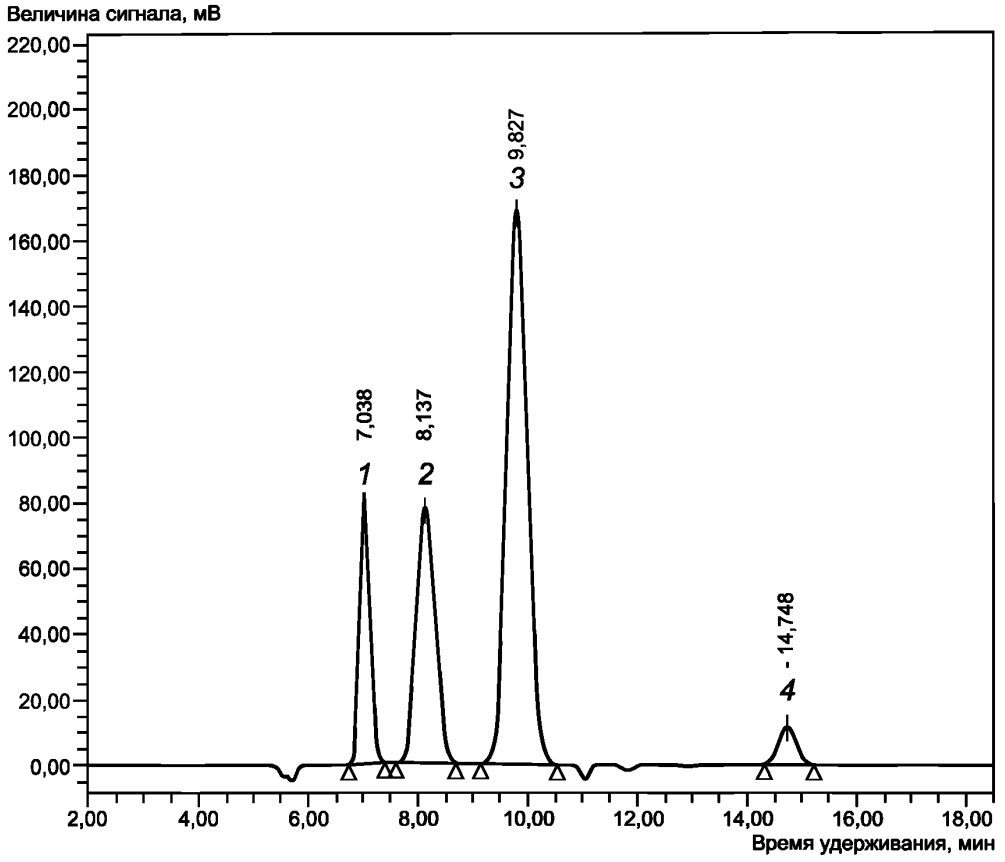
При работе с химическими реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. При подготовке проб к анализу и выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

10.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженер-химик, техник или лаборант, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие инструкцию по эксплуатации метода высокоэффективной жидкостной хроматографии. Первое применение метода высокоэффективной жидкостной хроматографии в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)

Хроматограмма стандартного раствора сахаров



1 — сахароза; *2* — глюкоза; *3* — фруктоза; *4* — сорбит

Рисунок А.1 — Хроматограмма модельной смеси фруктозы, глюкозы, сахарозы и сорбита (время удерживания: сахароза — 7,038, глюкоза — 8,137, фруктоза — 9,827, сорбит — 14,748 мин)

Библиография

[1] ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080
67.050

Ключевые слова: соковая продукция, ион-эксклюзионная высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), лигандно-обменный механизм, определение, стандартный раствор, градуировочные растворы, массовая концентрация, массовая доля сахарозы, глюкозы, фруктозы, сорбита, предел повторяемости, границы относительной погрешности

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 21.11.2019. Подписано в печать 25.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,25.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
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