ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 12857— 2010

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение цикламата Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

EN 12857:1999

Foodstuffs — Determination of cyclamate — High performance liquid chromatographic method

(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык регионального стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки фруктов, овощей и грибов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2010 г. № 565-ст

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту ЕН 12857:1999 «Продукты пищевые. Определение цикламата. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии» (EN 12857:1999 «Foodstuffs — Determination of cyclamate — High performance liquid chromatographic method»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2011

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 1
4 Реактивы 1
5 Средства измерений и вспомогательное оборудование 2
6 Процедура проведения анализа 3
7 Обработка результатов 5
8 Прецизионность измерений 6
9 Протокол результатов испытаний 6
Приложение А (справочное) Определение содержания хлора в растворах гипохлорита 7
Приложение В (справочное) Типовые хроматограммы при определении цикламата 8
Приложение С (справочное) Данные по прецизионности методики 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 11
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение цикламата. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Foodstuffs. Determination of cyclamate. High performance liquid chromatographic method

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и устанавливает метод определения цикламата с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ЕН ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ИСО 3696:1997)

3 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании цикламата натрия из пробы водой, последующей химической конверсии цикламата в N,N-дихлорциклогексиламин и количественном определении N,N-дихлорциклогексиламина с помощью ВЭЖХ с применением хроматографической колонки с обращенно-фазовым сорбентом и спектрофотометрического детектирования при длине волны 314 нм.

4 Реактивы

Для проведения анализа при отсутствии особо оговоренных условий используют только реактивы установленной аналитической чистоты и воду не ниже первой степени чистоты по ЕН ИСО 3696. Стандартные растворы готовят с учетом массовой доли аналита в стандартном веществе.

4.1 Спирт метиловый (метанол) для ВЭЖХ.

4.2 Н-гептан для ВЭЖХ.

4.3 Эфир петролейный с диапазоном температур кипения 40 °С—60 °С.

4.4 Натрий сернокислый безводный. При необходимости реактив промывают *н*-гептаном для удаления липофильных загрязнителей.

4.5 Натрий углекислый, раствор массовой концентрацией 50 г/дм^3.

4.6 Натрий хлорноватистокислый (гипохлорит натрия), раствор массовой концентрацией активного хлора 1,7 г/100 см^3

Раствор гипохлорита натрия массовой концентрацией активного хлора более 1,7 г/100 см^3 разбавляют водой до получения раствора массовой концентрацией активного хлора 1,7 г/100 см^3. Массовую концентрацию активного хлора в приготовленном растворе регулярно контролируют по методике, приведенной в приложении А.

4.7 Кислота серная, раствор массовой долей 50 %.

Издание официальное

4.8 Натрия цикламат, стандартные растворы

898 мг цикламата натрия, измеренного с точностью до 0,1 мг, переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, объем содержимого доводят водой до метки. Массовая концентрация циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты в полученном основном стандартном растворе составляет 4000 $мг/дм^3$ (коэффициент пересчета массы цикламата натрия в массу циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты равен 0,8909). Для приготовления градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,25, 1,0, 2,5, 5,0, 10,0 и 20,0 $см^3$ основного стандартного раствора, объем содержимого доводят водой до метки. Массовая концентрация циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты в полученных градуировочных растворах составляет соответственно 10, 40, 100, 200, 400 и 800 $мг/дм^3$.

4.9 Раствор Карреза № 1

15 г железистосинеродистого калия ($K_4[FeCN]_6 \cdot 3H_2O$) растворяют в некотором количестве воды и разбавляют до объема 100 $см^3$.

4.10 Раствор Карреза № 2

30 г сернокислого цинка ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) растворяют в некотором количестве воды и разбавляют до объема 100 $см^3$.

4.11 Подвижная фаза для ВЭЖХ

Смешивают 80 объемных частей метанола с 20 объемными частями воды, полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр с подходящим размером пор (например, 0,45 мкм), после чего раствор дегазируют любым приемлемым способом, например, с помощью ультразвуковой бани.

Для достижения оптимального качества хроматографического разделения допускается использовать подвижную фазу с другим соотношением метанола и воды.

4.12 Раствор для кондиционирования хроматографической колонки — раствор этилендиаминтетрауксусной кислоты массовой концентрацией 10 $г/дм^3$

Приготовленный раствор перед употреблением фильтруют через мембранный фильтр с подходящим размером пор (например, 0,45 мкм), после чего раствор дегазируют любым приемлемым способом, например, с помощью ультразвуковой бани.

4.13 Целлюлоза порошкообразная массовой долей не менее 99,9 %, промытая кислотой.

5 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Для проведения испытаний используют средства измерений и вспомогательное оборудование, в частности, перечисленные ниже.

5.1 Оборудование для ВЭЖХ

5.1.1 Хроматограф жидкостный, состоящий из насоса, устройства ввода пробы, спектрофотометрического детектора, пригодного для измерения оптической плотности при длине волны 314 нм (предпочтителен диодно-матричный детектор), самописца или интегратора, позволяющего измерять высоту и площадь хроматографических пиков.

5.1.2 Колонка хроматографическая аналитическая, заполненная обращенно-фазовым сорбентом с привитыми октадецильными группами (С18) размером частиц 5 мкм, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4 мм, снабженная защитной колонкой с обращенно-фазовым сорбентом (С18) размером частиц 5 мкм (применение защитной колонки рекомендуется при испытании любых проб твердой консистенции).

Критерием пригодности хроматографической колонки для данного вида анализа является разделение пиков анализируемого вещества и соседних пиков компонентов матрицы пробы на уровне базовой линии.

В случае наложения хроматографического пика аналита на пик какого-либо сопутствующего вещества матрицы пробы, обнаруживаемого при регистрации хроматограммы с использованием диодно-матричного детектора или спектрофотометрического детектора, позволяющего измерять аналитический сигнал одновременно при двух длинах волн, подбирают другую хроматографическую колонку, обеспечивающую необходимое качество хроматографического разделения.

5.2 Баня ультразвуковая.

5.3 Фильтры мембранные размером пор не более 0,45 мкм.

5.4 Устройство для фильтрования, снабженное держателем мембранных фильтров и пригодное для фильтрации и дегазирования подвижной фазы по 4.11 и раствора для кондиционирования колонки по 4.12.

5.5 Гомогенизатор.

5.6 Баня водяная, пригодная для поддержания температуры 60 °С.

5.7 Центрифуга лабораторная, обеспечивающая центробежное ускорение в основании центрифужных пробирок не менее 1400 g.

5.8 Пробирки центрифужные стеклянные вместимостью 50 см^3, снабженные пробками.

5.9 Воронки делительные вместимостью 50 и 100 см^3.

5.10 Бумага фильтровальная, обеспечивающая среднюю скорость фильтрации.

5.11 Фильтры для разделения фаз (по выбору пользователя).

6 Процедура проведения анализа

6.1 Приготовление раствора пробы для анализа

6.1.1 При анализе жидких продуктов (например, осветленных фруктовых соков, фильтрованного огуречного рассола) пробу фильтруют, после чего разбавляют водой таким образом, чтобы ожидаемая массовая концентрация цикламата в растворе составляла около 400 мг/дм^3, или используют пробу без разбавления. При анализе твердых продуктов, дающих прозрачные водные растворы (например, леденцов), пробу растворяют в воде таким образом, чтобы ожидаемая массовая концентрация цикламата в растворе составляла около 400 мг/дм^3.

6.1.2 При анализе, например, молочных продуктов, десертов, взбитых сливок, соков с мякотью, джемов, мармеладов, пробу тщательно гомогенизируют в течение не менее 1 мин. Около 15 г гомогенизированной пробы, измеренной с точностью до 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Допускается использовать навеску другой массы, при этом массовая концентрация цикламата в получаемом растворе пробы объемом 100 см^3 не должна превышать 400 мг/дм^3. В колбу добавляют около 80 см^3 воды и помещают на 10 мин в ультразвуковую баню. Далее добавляют 1—2 см^3 раствора Карреза № 1, содержимое колбы перемешивают, после чего добавляют такой же объем раствора Карреза № 2. Содержимое колбы перемешивают, после чего его объем доводят водой до метки. Полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр, отбрасывая первые 10 см^3 фильтрата.

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества во взятой на анализ навеске пробы превышает 3 г, необходимо исключить влияние объема образующегося осадка на фактический объем получаемого раствора пробы. Для этого смесь, полученную после добавления к пробе растворов Карреза, центрифугируют при центробежном ускорении не менее 1400 g. Центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок в пробирке дважды промывают водой, каждый раз центрифугируя полученную смесь. Центрифугаты объединяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем содержимого в колбе доводят водой до метки. Данную процедуру допустимо проводить также в случаях, когда масса нерастворимого вещества в навеске пробы составляет менее 3 г.

Для проведения последующей дериватизации цикламата (см. 6.2) используют порцию полученного раствора объемом 20 см^3.

6.1.3 Шоколад и родственные ему продукты

Около 15 г пробы, взятой с точностью до 1 мг, помещают в центрифужную пробирку. Пробирку с навеской выдерживают на водяной бане при температуре 60 °С до полного расплавления материала пробы. Далее в пробирку аккуратно и постепенно добавляют 25 см^3 петролейного эфира по 4.3, содержимое пробирки тщательно перемешивают, пробирку укупоривают и помещают в ультразвуковую баню на 30 с, после чего снова тщательно перемешивают. Пробирку с содержимым центрифугируют в течение 10 мин при центробежном ускорении 1400 g.

Далее слой петролейного эфира декантируют и отбрасывают, после чего проводят повторную экстракцию новой порцией петролейного эфира объемом 25 см^3 по той же процедуре, снова декантируя и отбрасывая растворитель. Остаток петролейного эфира в пробирке удаляют упариванием на водяной бане при температуре 60 °С при постоянном перемешивании содержимого пробирки.

Далее в пробирку добавляют 30 см^3 воды, содержимое тщательно перемешивают. Пробирку с содержимым выдерживают в течение 5 мин в ультразвуковой бане, добавляют около 40 см^3 воды, после чего полученную смесь переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. В колбу добавляют 1 см^3 раствора Карреза № 1, содержимое колбы перемешивают, после чего добавляют 1 см^3 раствора Карреза № 2. Содержимое колбы тщательно перемешивают. После охлаждения до температуры 20 °С объем содержимого доводят водой до метки. Полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр, отбрасывая первые 10 см^3 фильтрата.

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества во взятой на анализ навеске пробы превышает 3 г, необходимо исключить влияние объема образующегося осадка на фактический объем получа-

емого раствора пробы. Для этого смесь, полученную после добавления к пробе растворов Карреза, центрифугируют при центробежном ускорении не менее 1400 g. Центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок в пробирке дважды промывают водой, каждый раз центрифугируя полученную смесь. Центрифугаты объединяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем содержимого доводят водой до метки. Данную процедуру допустимо проводить также в случаях, когда масса нерастворимого вещества в навеске пробы составляет менее 3 г.

Для проведения последующей дериватизации цикламата (см. 6.2) используют порцию полученного раствора пробы объемом 20 см^3.

6.1.4 Жировые эмульсии и продукты, их содержащие (например, майонез)

15 г гомогенизированной пробы, взятой с точностью до 1 мг, помещают в центрифужную пробирку, добавляют 2,5 г порошкообразной целлюлозы (4.13), содержимое пробирки тщательно перемешивают. Добавляют 25 см^3 петролейного эфира, содержимое пробирки перемешивают, пробирку укупоривают и центрифугируют при центробежном ускорении не менее 1400 g.

Петролейный эфир декантируют и отбрасывают, после чего проводят повторную экстракцию новой порцией петролейного эфира объемом 25 см^3 по той же процедуре, снова декантируя и отбрасывая растворитель. Остаток петролейного эфира в пробирке удаляют упариванием на водяной бане при температуре 60 °С при постоянном перемешивании содержимого пробирки.

Далее в пробирку добавляют 40 см^3 воды, содержимое тщательно перемешивают. Полученную смесь выдерживают в течение 5 мин в ультразвуковой бане, после чего переносят количественно, используя около 30 см^3 воды, в мерную колбу вместимостью 100 см^3. В колбу добавляют 1 см^3 раствора Карреза № 1, перемешивают, после чего добавляют 1 см^3 раствора Карреза № 2. Содержимое колбы тщательно перемешивают. После охлаждения до температуры 20 °С объем содержимого доводят водой до метки. Полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр, отбрасывая первые 10 см^3 фильтрата.

Если масса нерастворимого обезжиренного вещества во взятой на анализ навеске пробы превышает 3 г, необходимо исключить влияние объема образующегося осадка на фактический объем получаемого раствора пробы. Для этого смесь, полученную после добавления к пробе растворов Карреза, центрифугируют при центробежном ускорении не менее 1400 g. Центрифугат количественно фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок в пробирке дважды промывают водой, каждый раз центрифугируя полученную смесь. Центрифугаты объединяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3, объем содержимого доводят водой до метки. Данную процедуру допустимо проводить также в случаях, когда масса нерастворимого вещества в навеске пробы составляет менее 3 г.

Для проведения последующей дериватизации цикламата (см. 6.2) используют порцию полученного раствора пробы объемом 20 см^3.

6.2 Дериватизация цикламата

Предупреждение! В целях обеспечения безопасности процедуру дериватизации необходимо проводить в вытяжном шкафу в связи с выделением хлора.

Для подготовки раствора пробы или градуировочного раствора к хроматографическому анализу в делительную воронку пипеткой отбирают 20 см^3 раствора пробы, полученного по 6.1.1—6.1.4, или градуировочного раствора по 4.8. В воронку добавляют 1,0 см^3 раствора серной кислоты по 4.7, 10,0 см^3 *н*-гептана по 4.2 и 2,5 см^3 раствора гипохлорита натрия по 4.6. Воронку интенсивно встряхивают в течение 1 мин, после чего оставляют в покое для расслоения водной и органической фаз. Нижнюю водную фазу отбрасывают. В случае неполного разделения фаз и образования в результате экстракции стойкой нерасслаивающейся эмульсии ее не отбрасывают и в дальнейшем подвергают тем же операциям, что и гептановый экстракт.

Гептановый экстракт промывают в делительной воронке, добавляя к нему порцию раствора карбоната натрия по 4.5 объемом 25 см^3 и интенсивно встряхивая воронку в течение 30 с. После расслоения фаз нижнюю водную фазу отбрасывают. Если водная и органическая фазы расслоились с образованием четкой границы их раздела, гептановый экстракт, полученный после удаления водной фазы, обезвоживают путем добавления порции сульфата натрия по 4.4 массой около 1 г, после чего экстракт фильтруют через складчатый фильтр, фильтрат используют для хроматографического анализа. В случае образования в результате экстракции стойкой эмульсии для обезвоживания гептанового экстракта используют порцию сульфата натрия массой около 7 г.

Срок годности полученных в результате дериватизации цикламата растворов для хроматографического анализа — 24 ч при температуре 4 °С.

6.3 Идентификация

Пик анализируемого вещества на хроматограмме раствора пробы идентифицируют по совпадению его времени удерживания со временем удерживания пика этого вещества на хроматограмме гра-

дуировочного раствора. Идентификацию пика анализируемого вещества можно также проводить путем сравнения хроматограмм раствора пробы с добавлением и без добавления стандартного раствора аналита либо путем сопоставления спектров поглощения пиков аналита на этих хроматограммах в характерном для данного вещества диапазоне длин волн.

Проводят хроматографический анализ раствора пробы и градуировочных растворов, соблюдая одинаковые объемы инжекции. Интервал между последовательными инжекциями градуировочных растворов должен быть не менее 15 мин. При анализе серии проб следует принять меры по исключению вероятности ошибочного принятия за пик аналита пика вещества, элюирующегося с предыдущей инжекции. Это обеспечивается соблюдением достаточно большого интервала (около 30 мин) между последовательными инжекциями растворов проб.

При использовании колонки, указанной в 5.1.2, приемлемое качество хроматографического анализа достигается применением следующих параметров хроматографического анализа:

состав подвижной фазы — в соответствии с 4.11;

скорость потока подвижной фазы — 1,0 $см^3$/мин;

объем инжекции — 20 $мм^3$;

длина волны детектирования — 314 нм.

Хроматографическую колонку ежедневно перед началом анализов следует кондиционировать. Для этого колонку промывают в течение 10 мин водой, затем в течение 30 мин кондиционирующим раствором по 4.12, после чего снова в течение 10 мин водой.

В приложении В приведены типовые хроматограммы при определении цикламата.

6.4 Количественное определение

Количественное определение проводят по методу внешнего стандарта либо с использованием градуировочного графика.

При использовании метода внешнего стандарта массовую концентрацию анализируемого вещества в растворе пробы рассчитывают исходя из площади или высоты пика этого вещества на хроматограмме раствора пробы и соотношения между массовой концентрацией аналита в градуировочном растворе и площадью или высотой пика аналита на хроматограмме этого раствора. Массовую концентрацию цикламата в градуировочном растворе подбирают, исходя из обеспечения максимальной приближенности площади или высоты пика цикламата на хроматограмме градуировочного раствора соответствующим значениям, полученным при анализе раствора пробы.

Для получения градуировочного графика проводят хроматографический анализ достаточного числа градуировочных растворов, диапазон массовых концентраций цикламата в которых соответствует ожидаемой массовой концентрации цикламата в растворе пробы. По результатам этих анализов строят график зависимости высоты или площади пика аналита от массовой концентрации цикламата. Проверяют соблюдение условия нахождения области построения градуировочного графика в области линейной зависимости аналитического сигнала от массовой концентрации аналита.

В качестве альтернативы градуировочному графику допускается использовать градуировочную характеристику, имеющую вид функциональной зависимости, которую находят с помощью регрессионного анализа. В этом случае также проверяют соблюдение условия нахождения области определения градуировочной характеристики в области линейной зависимости аналитического сигнала от массовой концентрации аналита.

7 Обработка результатов

7.1 Метод внешнего стандарта

Содержание циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты w, мг/кг, или массовую концентрацию циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты ρ, мг/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$w(\rho) = \frac{A_1 V_1 m_1 F}{A_2 V_2 m_0} 1000, \qquad (1)$$

где A_1 — площадь пика производного цикламата, полученная при анализе раствора пробы;

A_2 — площадь пика производного цикламата, полученная при анализе градуировочного раствора;

V_1 — объем приготовленного раствора пробы, $см^3$ (в данном случае V_1 = 100 $см^3$);

V_2 — объем приготовленного градуировочного раствора, $см^3$;

m_1 — масса циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты в градуировочном растворе объемом V_2, мг;

m_0 — масса навески пробы, г, или объем порции пробы, взятый для проведения анализа, $см^3$;

F — фактор разбавления, учитывающий все разбавления, не описанные в настоящей методике и примененные дополнительно.

7.2 Градуировочный график

Содержание циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты w, мг/кг, или массовую концентрацию циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты ρ, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$w(\rho) = \frac{CFV_1}{m_0}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты в анализируемом растворе, определенная по градуировочному графику, мг/дм^3.

7.3 Представление результата анализа

Результат анализа выражают целым числом без десятичных знаков.

Примечание — Для выражения результата испытания в виде содержания цикламата натрия используют коэффициент пересчета, равный 0,8909, являющийся отношением молекулярной массы циклогексиламино-N-сульфоновой кислоты к молекулярной массе цикламата натрия.

8 Прецизионность измерений

8.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности настоящей методики, проведенных в соответствии с [4], приведены в приложении С. Значения характеристик прецизионности, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть неприменимы к содержаниям аналита и типам матриц, отличных от указанных в приложении С.

8.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, должно превышать предел повторяемости r не более чем в 5 % случаев.

Значения предела повторяемости равны:

- напиток на основе лимонного сока: $\bar{x}$ = 435,9 мг/кг, r = 16,7 мг/кг;
- напиток на основе апельсинового сока: $\bar{x}$ = 178,3 мг/кг, r = 15,4 мг/кг;
- взбитые сливки: $\bar{x}$ = 280,9 мг/кг, r = 26,0 мг/кг;
- фруктовый йогурт: $\bar{x}$ = 647,6 мг/кг, r = 42,4 мг/кг.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, должно превышать предел воспроизводимости R не более чем в 5 % случаев.

Значения предела воспроизводимости равны:

- напиток на основе лимонного сока: $\bar{x}$ = 435,9 мг/кг, R = 38,1 мг/кг;
- напиток на основе апельсинового сока: $\bar{x}$ = 178,3 мг/кг, R = 24,4 мг/кг;
- взбитые сливки: $\bar{x}$ = 280,9 мг/кг, R = 49,7 мг/кг;
- фруктовый йогурт: $\bar{x}$ = 647,6 мг/кг, R = 168,4 мг/кг.

9 Протокол результатов испытаний

Протокол результатов испытаний должен содержать, как минимум, следующие сведения:

- всю информацию, необходимую для идентификации пробы;
- ссылку на настоящий стандарт или использованный метод;
- дату и время отбора пробы (если известны);
- дату поступления пробы в лабораторию;
- дату проведения испытания;
- результаты испытания с указанием единиц измерения;
- все особенности, наблюдавшиеся при проведении испытания;
- все операции, не оговоренные в методике или рассматриваемые как необязательные, которые могли повлиять на результат испытания.

Приложение А
(справочное)

Определение содержания хлора в растворах гипохлорита

А.1 Реактивы

А.1.1 Калий йодистый, раствор массовой концентрацией 50 г/дм^3.

А.1.2 Кислота соляная, раствор массовой долей 10 %.

А.1.3 Натрия тиосульфат, раствор молярной концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3.

А.1.4 Крахмал растворимый, раствор массовой долей 1 %.

А.1.5 Кальция карбонат порошкообразный.

А.2 Процедура проведения испытания

Порцию раствора гипохлорита натрия ожидаемой массовой концентрацией активного хлора около 2 г/100 см^3 объемом 1,0 см^3 помещают в коническую колбу, куда добавляют около 100 см^3 воды и 10 см^3 раствора йодида калия по А.1.1, содержимое колбы перемешивают. В колбу вносят 5 см^3 раствора соляной кислоты по А.1.2 и карбонат кальция в количестве, умещающемся на конце шпателя, содержимое колбы аккуратно перемешивают. Полученную смесь титруют раствором тиосульфата натрия по А.1.3 при постоянном перемешивании до практически полного исчезновения коричневого цвета раствора. Далее добавляют 0,5 см^3 раствора крахмала в качестве индикатора и продолжают титрование при постоянном перемешивании до полного исчезновения синего цвета раствора.

А.3 Обработка результатов

Массовую концентрацию активного хлора в растворе C, г/100 см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V_1 \cdot 3{,}546 F_T \cdot F_D \cdot 100}{V_2 \cdot 1000}, \qquad (А.1)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;

F_T — поправочный коэффициент к концентрации раствора тиосульфата натрия;

F_D — фактор разведения;

V_2 — объем раствора гипохлорита натрия, использованный для анализа, см^3.

Примечание — Порция раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 объемом 1 см^3 расходуется на титрование 3,546 мг активного хлора (Cl), 2,623 мг хлорноватистой кислоты (HClO), 3,7221 мг гипохлорита натрия (NaClO), 0,7999 мг активного кислорода (O).

Приложение В
(справочное)

Типовые хроматограммы при определении цикламата

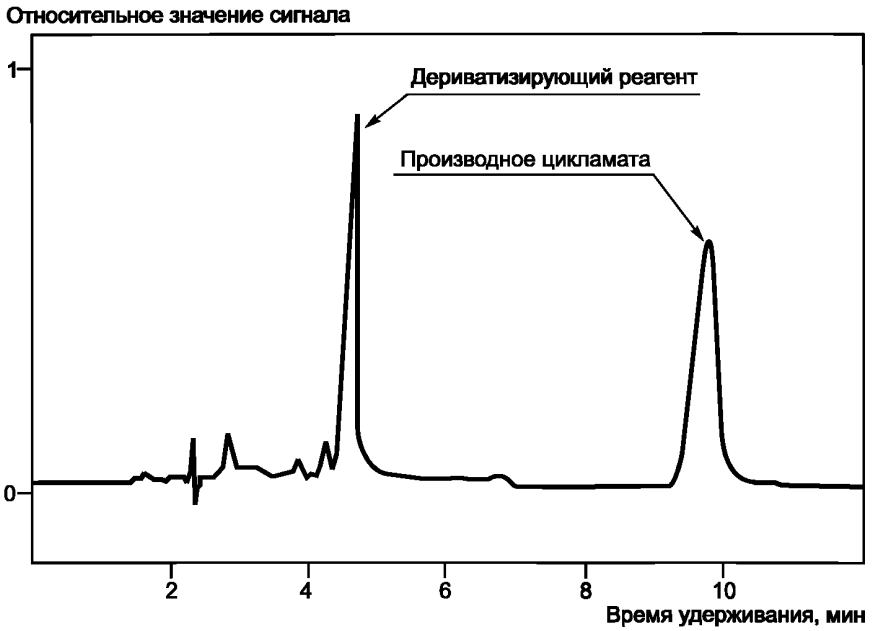


Рисунок В.1 — Хроматограмма напитка на основе вишневого сока

Условия хроматографического анализа:

хроматографическая колонка, заполненная сорбентом Nucleosil C18 размером частиц 5 мкм, внутренним диаметром 4 мм, длиной 250 мм, снабженная защитной колонкой, заполненной сорбентом Nucleosil C18 размером частиц 5 мкм;

состав подвижной фазы — метанол:вода (80:20 по объему);

скорость потока — 1,0 $см^3$/мин;

инжектируемый объем — 20 $мм^3$.



Рисунок В.2 — Хроматограмма земляничного йогурта

Условия хроматографического анализа:

хроматографическая колонка, заполненная сорбентом Nucleosil C18 размером частиц 5 мкм, внутренним диаметром 4 мм, длиной 250 мм, снабженная защитной колонкой, заполненной сорбентом Nucleosil C18 размером частиц 5 мкм;

состав подвижной фазы — метанол:вода (80:20 по объему);

скорость потока — 1,0 $см^3$/мин;

инжектируемый объем — 20 $мм^3$.

Приложение С
(справочное)

Данные по прецизионности методики

Приведенные в таблице С.1 данные получены в результате межлабораторных испытаний, выполненных в соответствии с [1]—[4]. Объектами испытаний были сокосодержащие напитки на основе лимонного и апельсинового соков, взбитые сливки и фруктовый йогурт.

Таблица С.1

Показатель	Напиток на основе лимонного сока	Напиток на основе апельсинового сока	Взбитые сливки	Фруктовый йогурт
Год проведения испытаний	1992	1992	1992	1992
Число лабораторий-участников	4	10	10	10
Число образцов	1	1	1	1
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	4	9	9	9
Число выбросов (лабораторий)	0	1	1	1
Число принятых результатов	8	48	48	48
Среднее значение $\bar{x}$	435,9 мг/дм^3	178,3 мг/дм^3	280,9 мг/кг	647,8 мг/кг
Стандартное отклонение повторяемости s_r	6,0 мг/дм^3	5,5 мг/дм^3	9,2 мг/кг	15,2 мг/кг
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	1,4	3,1	3,3	2,3
Предел повторяемости r	16,7 мг/дм^3	15,4 мг/дм^3	26,0 мг/кг	42,4 мг/кг
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	13,6 мг/дм^3	8,6 мг/дм^3	17,6 мг/кг	10,7 мг/кг
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	3,1	4,9	6,3	17,8
Предел воспроизводимости R	38,1 мг/дм^3	24,4 мг/дм^3	49,7 мг/кг	168,4 мг/кг
Значение индекса Горвица	0,5	0,7	0,9	1,5

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 3696	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированный стандарт.		

Библиография

[1] Untersuchung von lebensmitteln; Bestimmung von Natriumcyclamat L 00.00-28, Mai 1994. In Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen mitteln und Badarfsgegenstaenden /bundesgesundheimsamt. Loseblattausgabe, Stand Februar 1996 Bd 1. Berlin, Koeln: Beuth Verlag GmbH

[2] Lehr M., Schmid W.: Einfaches und spezifisches HPLC-Verfahren zur Bestimmung von Cyclamat in fruchtsafthaltigen Getraenken nach Derivatisierung zu N,N-Dichlorcyclohexylamin. Z. Lebensm. Unters. Forsch., 1991, 192, 335—338

[3] Lehr M., Schmid W.:Anwendung der Festphasenextraktion bei der Bestimmung von Suesstoffen in Lebensmitteln mittels HPLC. Dtsch. Lebensm. Rdsch., 1993, 89, 2, 43—45

[4] ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

УДК 663/.664:543.06:006.354 ОКС 67.050 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, определение цикламата, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.09.2011. Подписано в печать 16.09.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 181 экз. Зак. 861.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник»,
117418 Москва, Нахимовский проспект, 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru