ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53766— 2009

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

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

Издание официальное

БЗ 12—2009/1002

Москва
Стандартинформ
2010

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

2 ВНЕСЕН Подкомитетом «Соки фруктовые и овощные, нектары, сокосодержащие напитки и морсы» Технического комитета 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 15 декабря 2009 г. № 1270-ст

4 В настоящем стандарте учтены: основные положения международного стандарта CODEX-STAN 247-2005 «Общий стандарт на фруктовые соки и нектары» (CODEX-STAN 247-2005 «Codex general standard for fruit juices and nectars») в части методов анализа и отбора проб соковой продукции;

основные нормативные положения документа IFU Метод анализа 67 (Rev.2005) «Определение сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» (Международная федерация производителей фруктовых соков) [IFU-Analyses No. 67 (Rev. 2005) «Determination of Sugars and Sorbitol (HPLC)» (International Federation of Fruit Juice Produces)]

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, 2010

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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 — 2011—01—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 стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

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 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, а также по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 определения

Метод основан на применении ион-эксклюзионной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с лигандно-обменным механизмом. Массовую концентрацию или массовую долю сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита в соковой продукции определяют рефрактометрическим детектором.

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 типа «Millenium 2000».

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 по [1].

4.11 Пипетки градуированные 1-2-2-25 2-го класса по ГОСТ 29227 или дозаторы пипеточные с аналогичным или изменяемым объемами 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 $см^3$.

4.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.18 Вода для лабораторного анализа первой степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

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 обеспечивающим 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 — 1 нед.

6.2 Подготовка проб для измерений

6.2.1 Для определения массовой концентрации сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита осветленную соковую продукцию, не содержащую не растворимые 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 не растворимые 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 не растворимые 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 не растворимых в воде веществ) или с диаметром пор 0,45 мкм (для концентрированных соков, содержащих не растворимые 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 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—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

Измерения проводят в следующих лабораторных условиях:

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:

$$y = kx. \tag{1}$$

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 · с или V · с) и их массовая концентрация или массовая доля c (г/дм^3 или ‰) находятся в соответствующей функциональной зависимости:

$$c = \frac{S}{k}, \tag{2}$$

где k — градуировочный коэффициент, [г/дм^3/mV · с]$^{-1}$

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

S_i — площадь пика соответствующего вещества при анализе i-го стандартного раствора, mAU · с или AU · с;

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 Р ИСО 5725-1 (подраздел 3.14) и ГОСТ Р 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:

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

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

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

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, $mV \cdot с$ или $V \cdot с$;

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

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

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 $\pm \delta$, %, 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 $\pm \delta$, %	16	4	12	5
Предел обнаружения метода, $г/дм^3$ (‰)	0,3			

Продолжение 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 $\pm \delta$, %	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

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

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

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

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

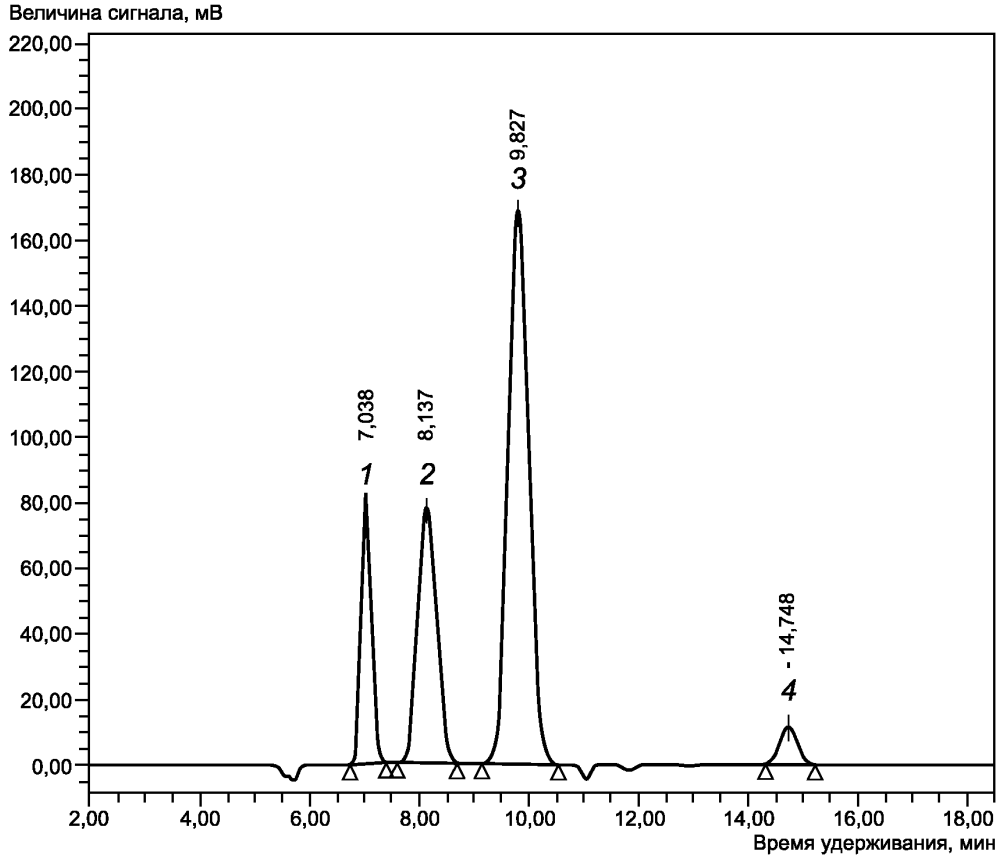
При работе с химическими реактивами следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007. При подготовке проб к анализу и выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила пожаровзрывобезопасности ГОСТ 12.1.018, по 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] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные ФЩ-ФС-15 «Белая лента»

УДК 664.863.001.4:006.354 ОКС 67.080, 67.050 Н59 ОКСТУ 9109

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 *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 17.03.2010 . Подписано в печать 13.04.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 231 экз. Зак. 298.

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», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru