ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51428— 99

СОКИ ФРУКТОВЫЕ

Метод определения содержания винной кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

(EN 12137:1997, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»

3 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 583-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта ЕН 12137:1997 «Соки фруктовые и овощные. Определение винной кислоты в виноградном соке. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии» (EN 12137:1997 «Fruit and vegetable juices — Determination of tartaric acid in grape juices — Method by high performance liquid chromatography», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август, 2018

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

Поправка к ГОСТ Р 51428—99 Соки фруктовые. Метод определения содержания винной кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 8. Шестой абзац	в использованием	с использованием

(ИУС № 2 2019 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ

Метод определения содержания винной кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

Fruit juices. Method for determination of tartaric acid content using high performance liquid chromatography

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на виноградный сок и подобные ему продукты, содержащие виноградный сок, и устанавливает метод определения содержания (массовой концентрации или массовой доли) винной кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Диапазон определения массовой концентрации (массовой доли) винной кислоты — от 1,0 до 10,0 г/дм^3 (г/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 26313 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, 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 градуированнные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51431 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

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

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на определении массовой концентрации или массовой доли винной кислоты в виноградном соке с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с применением ионоэксклюзивной колонки и спектрофотометрического детектора в ультрафиолетовой области спектра.

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 4-го класса прочности.

Жидкостный хроматограф, состоящий из:

- насоса высокого давления с верхним пределом давления не менее 25 МПа и диапазоном регулирования подачи растворителя от 0,1 до 5 $см^3$/мин;
- петлевого устройства ввода пробы с рабочим объемом петли от 0,010 до 0,020 $см^3$;
- спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны, позволяющего проводить измерение оптической плотности при длине волны 200 нм, снабженного проточной кварцевой кюветой вместимостью не более 0,01 $см^3$, с относительной погрешностью измерения оптической плотности не более 2 %;
- регистрирующего устройства (самописца или интегратора), позволяющего проводить измерения при чувствительности 0,2 мВ/см с погрешностью записи в рабочих условиях не более 0,5 %;
- термостата колонок, пригодного для поддержания рабочей температуры 40 °С;
- колонки длиной 300 мм, внутренним диаметром 7,8 мм, заполненной ионоэксклюзивным сорбентом на основе сополимера стирола с дивинилбензолом с привитыми сульфогруппами в водородной форме размером частиц 10 мкм;
- предколонки, заполненной катионитом в водородной форме.

Микрошприц вместимостью, обеспечивающей полное заполнение петли инжектора.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100 и 500 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 29227 типа 2, исполнения 1, 1-го класса точности вместимостью 10 и 25 $см^3$.

Фильтры мембранные размером пор не более 0,5 мкм.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Кислота винная по ГОСТ 5817, ч.д.а.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696, категории 1.

Допускается использование других средств измерений, лабораторного оборудования и реактивов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих указанным выше.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

5.2 Подготовка проб к испытаниям — по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Относительную плотность разбавленной пробы определяют по ГОСТ Р 51431 и найденное значение указывают в протоколе испытаний.

6 Подготовка к проведению испытаний

Для приготовления растворов, используемых при проведении испытания, и подвижной фазы для ВЭЖХ использую только воду категории 1 по ИСО 3696.

6.1 Приготовление градуировочных растворов

Готовят серию градуировочных растворов винной кислоты в диапазоне массовых концентраций от 100 до 500 мг/$дм^3$. Для этого навеску винной кислоты массой 50 мг переносят в мерную колбу

вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом количестве воды, объем содержимого в колбе доводят водой до метки. Получают градуировочный раствор винной кислоты массовой концентрации 500 мг/дм^3. Остальные градуировочные растворы готовят точным разведением первого раствора в соответствующее количество раз.

7 Проведение испытаний

7.1 Приготовление раствора пробы для хроматографического анализа

Проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25—50 см^3 (25—50 г) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют около 300 см^3 горячей воды температурой 80—85 °С, тщательно перемешивают и оставляют для охлаждения до комнатной температуры, после чего объем содержимого в колбе доводят до отметки водой, перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр. Фильтрат используют для хроматографического анализа.

7.2 Хроматографический анализ

Хроматографический анализ градуировочных растворов и растворов пробы, приготовленных по 7.1, проводят при следующих условиях:

- состав подвижной фазы — раствор серной кислоты $c(H_2SO_4)$ = 0,005 моль/дм^3;
- скорость потока подвижной фазы — 0,6 см^3/мин (для предотвращения чрезмерного давления скорость потока при кондиционировании колонки повышают постепенно, начиная с 0,2 см^3/мин);
- длина волны детектора — 210 нм;
- температура колонки — 40 °С;
- объем анализируемого раствора — полное заполнение петли инжектора;
- длительность анализа — 20 мин;
- ориентировочное время удерживания винной кислоты — 10 мин.

Анализ градуировочных растворов проводят непосредственно перед анализом каждой серии растворов проб.

Регистрируют высоту пика винной кислоты.

8 Обработка и оформление результатов испытаний

По результатам анализа градуировочных растворов строят градуировочный график зависимости высоты пика винной кислоты от ее массовой концентрации.

По градуировочному графику определяют массовую концентрацию винной кислоты в растворе пробы, соответствующую высоте пика винной кислоты на хроматограмме раствора пробы.

Массовую концентрацию винной кислоты в пробе x_1, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{cV_1}{V_2} \cdot 10^{-3}, \quad (1)$$

где c — массовая концентрация винной кислоты в растворе пробы, определенная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем приготовленного по 7.1 раствора пробы, см^3;

V_2 — объем пробы, взятый для приготовления раствора пробы по 7.1, см^3.

Массовую долю винной кислоты x_2, г/кг, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{cV_1}{m} \cdot 10^{-3}, \quad (2)$$

где m — масса навески пробы, взятой для приготовления раствора пробы по 7.1, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы в использованием одних и тех же средств измерений и реактивов в течение возможно минимального интервала времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости 6 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окон-

чательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости 15 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения массовой концентрации или массовой доли винной кислоты при соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, не превышают ±10,5 % (P = 0,95).

В протоколе испытаний указывают:

- информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид продукта, происхождение, шифр);
- ссылку на настоящий стандарт;
- дату и способ отбора проб (по возможности);
- дату получения пробы для испытаний;
- дату проведения испытаний;
- результат испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;
- соблюдение норматива контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированной пробы, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в стандарте, которые могли повлиять на результат испытаний.

УДК 664.863.001.4:006.354 ОКС 67.080 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: виноградный сок, винная кислота, определение содержания, высокоэффективная жидкостная хроматография

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 15.08.2018. Подписано в печать 21.08.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru