
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32688—
2014

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение сахаросодержащих ингредиентов
методом масс-спектрометрии
стабильных изотопов кислорода

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-2014)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2014 г № 898-ст ГОСТ 32688—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте применены положения международного стандарта Комиссии Кодекс Алиментариус CODEX STAN 247—2005 Codex General Standard For Fruit Juices And Nectars (Единый стандарт на фруктовые соки и нектары) и стандарта AOAC 992.09 Sugar-Beet-Derived Syrups in Frozen Concentrated Orange Juice. δ¹⁸O Measurements in Water (Сиропы, полученные из сахарной свеклы, в замороженном концентрированном апельсиновом соке. Определение показателя δ¹⁸O в воде)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение сахаросодержащих ингредиентов
методом масс-спектрометрии стабильных изотопов кислорода

Foodstuffs. Determination of sugar-containing ingredients by mass spectrometry of stable oxygen isotopes

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жидкую пищевую продукцию растительного происхождения, в том числе концентрированные соки, пюре и растительные экстракты, и устанавливает масс-спектрометрический метод определения сахаросодержащих ингредиентов, внесенных в продукцию в виде сиропов, доля которых составляет от 0 % до 40 %, путем анализа изотопного состава кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ в водной фракции продукции, характеризуемого величиной $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$.

П р и м е ч а н и е — Настоящий стандарт рекомендуется применять в целях апробации и накопления дополнительной информации в части его применения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

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

ГОСТ ОИМЛ Р 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидккий. Технические условия

ГОСТ 12162—77 Двуокись углерода твердая. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные. Типы. Основные параметры и размеры

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, 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

П р и м е ч а н и е — 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

ГОСТ 32688—2014

указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при использовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$, ‰: Величина, характеризующая состав изотопов кислорода с массами 18 и 16 в водной фракции продукта, анализируемой относительно международного стандартного вещества – среднеокеанической воды *Standard Mean Ocean Water (SMOW)*.

3.2 $\delta^{13}\text{C}_{\text{PRB}}$, ‰: Величина, характеризующая состав изотопов углерода с массами 13 и 12 в пробе, анализируемой относительно международного стандартного вещества – ископаемого ракушечника *Belemnite Americana* из месторождения в Южной Каролине (США).

4 Сущность метода

Сущность метода определения сахаросодержащих ингредиентов заключается в проведении реакции обмена изотопов кислорода между водной фракцией анализируемой продукции и рабочим стандартным раствором – двуокисью углерода – до состояния равновесия, последующего отделения двуокиси углерода, ее очистки и определения изотопного состава $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ с помощью масс-спектрометра.

5 Средства измерений, стандартные вещества, вспомогательные устройства, материалы и реагенты

5.1 Масс-спектрометр* для измерения изотопных соотношений, обеспечивающий точность измерений по массе 46 (изотопомер двуокиси углерода $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$) не более 0,06 % в диапазоне массовых чисел 1–70 а.е.м., с разрешающей способностью не менее 95 $M/\Delta M$ (на уровне 10 % от максимальной интенсивности пика по массе изотопомера двуокиси углерода 44) и среднеквадратическим отклонением (СКО) выходного сигнала при использовании двойной системы напуска газа не более 0,1 ‰.

5.2 Система лабораторная** для проведения реакции изотопного обмена, состоящая из пластиковых медицинских шприцов вместимостью 60 см³, снабженных стальными иглами длиной 2,5 см (внешний диаметр 0,7 мм, внутренний диаметр 0,4 мм), карусельного держателя диаметром 40 см, снабженного устройствами фиксации для шприцов и электрическим приводом для обеспечения скорости вращения 10 – 12 об/мин.

5.3 Система лабораторная** для очистки двуокиси углерода, состоящая из герметичных стеклянных коллекторов, емкостей для жидкого азота, приемника для пробы и вакуумного источника (см. рисунок А.1).

5.4 Ареометр общего назначения по ГОСТ 18481, обеспечивающий измерение с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,2 \text{ кг}/\text{м}^3$.

5.5 Весы неавтоматического действия по ГОСТ ОИМЛ R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,1 \text{ г}$.

5.6 Баня масляная, обеспечивающая поддержание температуры 200 °С – 220 °С.

5.7 Насос вакуумный мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336, обеспечивающий разжение от 2,5 до 10,0 кПа.

5.8 Двуокись углерода газообразная с объемной долей основного вещества не менее 99,995 % в газовом баллоне, снабженном соответствующим редуктором давления.

5.9 Международное стандартное вещество *SMOW* или эквивалентное международное стандартное вещество – вода категории МАГАТЭ (Международное агентство по атомной энергии) со значением $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$ согласно паспорту на стандартное вещество.

* Масс-спектрометры модельного ряда Delta V (ThermoScientific). Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

** Лабораторная система GasBench II (ThermoScientific). Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

5.10 Международное стандартное вещество – известняк *NIST RM 8544-NBS 19* или карбонит *NIST RM 8543-NBS 18* или эквивалентное стандартное вещество – карбонат категории МАГАТЭ со значением $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ и $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$ согласно паспорту на стандартное вещество.

5.11 Международное стандартное вещество *PDB* категории МАГАТЭ со значением $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}/\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$ согласно паспорту на стандартное вещество.

П р и м е ч а н и е – В настоящее время МАГАТЭ предоставляет международное стандартное вещество – мрамор (*VPDB*), которое является заменителем *PDB*.

5.12 Кислота ортофосфорная концентрированная массовой долей основного вещества 85 % – 87 % по ГОСТ 6552.

5.13 Азот жидкий по ГОСТ 9293.

5.14 Двуокись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162.

5.15 Ацетон технический по ГОСТ 2768.

5.16 Оксид фосфора P_2O_5 , ч. д. а.

5.17 Перекись водорода концентрированная массовой долей основного вещества 30 % – 40 % по ГОСТ 177.

5.18 Оксид хрома CrO_3 (VI).

5.19 Шарики стальные диаметром 1,8 см.

5.20 Пипетки стеклянные градуированные по ГОСТ 29227.

5.21 Стаканы химические вместимостью 2000 cm^3 по ГОСТ 25336.

5.22 Емкость из темноокрашенного стекла с герметичной укупоркой.

5.23 Палочки стеклянные для перемешивания.

5.24 Допускается использование других средств измерений, стандартных веществ, вспомогательных устройств, материалов и реагентов, имеющих аналогичные или лучшие метрологические и технические характеристики.

6 Подготовка к проведению анализа

6.1 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 26313, подготовка проб – по ГОСТ 26671.

6.2 Подготовка к проведению анализа

6.2.1 Приготовление суспензии из сухого льда и ацетона

Сухой лед по 5.14 в количестве 500 г разбивают молотком на мелкие гранулы, предварительно завернув крупные куски в плотную ткань. Гранулы помещают в керамическую емкость вместимостью 1500 cm^3 . К гранулам при помешивании добавляют ацетон по 5.15 до получения кашеобразной суспензии.

Охлаждающую суспензию готовят непосредственно перед анализом (см. 7.2). Температура свежеприготовленной массы составляет от минус 80 $^{\circ}\text{C}$ до минус 86 $^{\circ}\text{C}$. Охлаждающая суспензия не подлежит хранению.

6.2.2 Приготовление безводной 100 %-ной ортофосфорной кислоты

Взвешивают 2010 г оксида фосфора по 5.16 и вносят в химический стакан подходящей вместимости, в который предварительно помещают 4300 г концентрированной ортофосфорной кислоты по 5.12. Перемешивают содержимое стакана. Вносят в стакан 10 мг оксида хрома по 5.18, перемешивают. Цвет содержимого стакана должен стать желтым.

Стакан помещают в масляную баню, предварительно прогретую до температуры 200 $^{\circ}\text{C}$. Выдерживают стакан при данной температуре в течение 7 ч до изменения цвета раствора на зеленый. Добавляют к содержимому стакана 3 cm^3 концентрированной перекиси водорода по 5.17, затем повышают температуру бани до 220 $^{\circ}\text{C}$ и выдерживают раствор в течение следующих 4,5 ч.

По истечении данного времени проводят измерение плотности полученного раствора в стакане ареометром. Измеренное значение для безводной 100 %-ной ортофосфорной кислоты должно составлять от 1,90 до 1,92 kg/m^3 . При соответствии данному условию нагрев прекращают и переливают готовую кислоту в емкость из темноокрашенного стекла, которую герметично укупоривают.

Срок хранения безводной 100 %-ной ортофосфорной кислоты в герметично укупоренной емкости из темноокрашенного стекла при комнатной температуре – не более 1 мес.

Причение – Так как безводная 100 %-ная ортофосфорная кислота сильно гигроскопична, то емкость открывают только в целях отбора необходимого количества реагента для использования согласно настоящему стандарту. В случае сильного повышения вязкости раствора или его полимеризации готовят свежий реагент.

7 Проведение анализа

7.1 Проведение реакции изотопного обмена

Для проведения реакции изотопного обмена помещают стальной шарик (см. 5.19) в пустой шприц (см. 5.2), с помощью пипетки вносят в шприц 30 см³ анализируемой пробы. Вставляют в шприц поршень, затем удаляют из внутреннего объема шприца как можно больше воздуха.

Присоединяют к шприцу стальную иглу. Затем через резиновую мембрану, которая герметично укупоривает выход из капилляра, соединенного с редуктором газового баллона с двуокисью углерода, отбирают в шприц около 20 см³ углекислого газа. После отбора газа удаляют иглу из мембраны и плотно закрывают ее, помещая кончик иглы в резиновую пробку.

Помещают шприц в фиксатор карусельного держателя. Включают электрический привод для обеспечения вращения держателя в вертикальной плоскости при скорости 10 – 12 об./мин в течение 2 ч. Для обеспечения стабильного температурного режима карусельный держатель размещают в помещении или шкафу, температуру в котором поддерживают на уровне (25,0 ± 0,5) °С.

7.2 Очистка двуокиси углерода

После завершения реакции изотопного обмена извлекают шприц из фиксатора карусельного держателя, извлекают кончик иглы из резиновой пробки и вводят иглу шприца через мембрану из силиконовой резины *H* в приемное устройство *E* системы для очистки двуокиси углерода (см. рисунок А.1 приложения А), направляя в него весь объем двуокиси углерода из верхней части шприца *I* до запорного крана *F*. После заполнения приемного устройства *E* двуокисью углерода охлаждают переходник *D* системы жидким азотом. Охлаждающей супензией по 6.2.1 удаляют воздух из первой ловушки *C* с помощью вакуумного насоса по 5.7. Водяной пар из анализируемой пробы остается в ловушках *B* и *C*, обеспечивая тем самым очистку равновесной двуокиси углерода. Очищенную двуокись углерода направляют в приемную емкость *A*.

7.3 Проведение анализа

Перед анализом проводят градуировку газообразной двуокиси углерода с помощью международного стандартного вещества по 5.10 согласно инструкции по эксплуатации масс-спектрометра для измерения изотопных соотношений.

Для получения из карбонатов газообразной двуокиси углерода проводят обработку международного стандартного вещества по 5.10 безводной 100 %-ной ортофосфорной кислотой, приготовленной по 6.2.2.

Градуировку и настройку масс-спектрометра проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Значение $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$, соответствующее значению, указанному в паспорте на стандартное вещество (см. 5.10), для двуокиси углерода применяют в измерениях как стандартное. Значение $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ проверяют перед каждым проведением анализа в рамках контрольного измерения. Отклонение значения показателя $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ от полученного ранее градуировочного уровня не должно превышать 0,5 % (для $n = 10$).

Корректировку влияния изотопов кислорода по массе 45 изотопомера двуокиси углерода осуществляют в автоматическом режиме с помощью программного обеспечения, поставляемого изготавителем масс-спектрометра для измерения изотопных соотношений.

Анализ проб проводят сериями, количество проб в которых определяет оператор оборудования. Каждую пробу анализируют в двух повторностях. Анализ проводят согласно инструкции по эксплуатации оборудования путем напуска очищенной двуокиси углерода соответствующей анализируемой пробы из приемной емкости *A* (см. 7.2) в масс-спектрометр для измерения изотопных соотношений.

Масс-спектрометр регистрирует интенсивности пиков изотопомеров двуокиси углерода, информация о которых передается в компьютерную рабочую станцию, которая рассчитывает соответствующие значения изотопных отношений показателя $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}} (\text{‰})$.

В каждую серию, состоящую из нескольких анализируемых проб, включают как минимум две параллельные пробы международного стандартного вещества *SMOW*. Измерение показателя

$\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$ для международного стандартного вещества *SMOW* проводят перед началом и в конце анализа проб продукции.

8 Обработка результатов анализа

Количественный расчет значений величин $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$, ‰, проводят с применением программного обеспечения для регистрации и обработки данных, прилагаемого к масс-спектрометру по следующей формуле

$$\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}} = \left[\frac{(^{18}\text{O}/^{16}\text{O})_{\text{проба}}}{(^{18}\text{O}/^{16}\text{O})_{\text{SMOW}}} - 1 \right] \cdot 1000, \quad (1)$$

где ^{18}O и ^{16}O – тяжелые и легкие изотопы элемента кислорода.

В случае необходимости преобразования полученных расчетных данных применительно к рабочему стандартному веществу – газообразной двуокиси углерода – по отношению к международному стандартному веществу *PDB* рассчитывают $\delta_{(x - PDB)}$, ‰, по следующей формуле

$$\delta_{(x - PDB)} = \delta_{(x - B)} + \delta_{(B - PDB)} + [(\delta_{(x - B)}) \cdot (\delta_{(B - PDB)})] \cdot 10^{-3}, \quad (2)$$

где $\delta_{(x - B)}$ – результат анализа пробы продукта относительно рабочего стандартного вещества *B* (например, карбоната или известняка) и международного стандартного вещества *PDB*;

$\delta_{(B - PDB)}$ – результат анализа рабочего стандартного вещества *B* (например, карбоната или известняка) относительно международного стандартного вещества *PDB*.

Рабочим стандартным веществом может являться как двуокись углерода высокой степени очистки (см. 5.8), так и двуокись углерода, получаемая из международного стандартного вещества – карбонатов (см. 5.10) согласно способу, описанному в 7.3.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$, округленное до второго десятичного знака. При представлении окончательного результата измерений наименьший разряд числового значения результата измерений должен быть таким же, как и наименьший разряд числового значения границ, в которых находится расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата $k = 2$ (абсолютная погрешность измерений при $P = 0,95$).

Результаты измерений регистрируют в протоколе в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

9 Метрологические характеристики

Результаты эксперимента по оценке точности метода определения сахаросодержащих ингредиентов на основе анализа изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока, доля сахаросодержащего сиропа из сахарной свеклы в котором составила 0 % – 40 %, приведены в приложении В [1] – [2].

Расхождение между двумя результатами анализов (δ_1 и δ_2 , ‰), полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости должно соответствовать условию

$$|\delta_1 - \delta_2| \leq r, \quad (3)$$

где r – предел повторяемости, ‰ (значение r , соответствующее доле добавленного сахаросодержащего ингредиента в соответствии с таблицей В.1 приложения Б).

Расхождение между двумя результатами анализов, полученными в двух лабораториях ($\delta_{1\text{лаб}}$ и $\delta_{2\text{лаб}}$, ‰) на идентичных образцах должно соответствовать условию

$$|\delta_{1\text{лла}} - \delta_{2\text{лла}}| \leq R, \quad (4)$$

где R – предел воспроизводимости, ‰ (значение R , соответствующее доле добавленного сахаросодержащего ингредиента в соответствии с таблицей В.1 приложения Б).

10 Контроль качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов анализов в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с использованием проверки стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутримаркетаборных документах системы качества. При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реагентов, проверяют работу оператора.

11 Требования безопасности

11.1 Условия проведения работ

При проведении анализов следует соблюдать условия:

- электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и технической документации на масс-спектрометр;
- взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- безопасности при работе с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

11.2 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 масс-спектрометрического оборудования. Первое применение метода масс-спектрометрии соотношений стабильных изотопов легких элементов в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)**Лабораторная система для очистки двуокиси углерода**

А.1 Лабораторная система для очистки двуокиси углерода приведена на рисунке А.1.

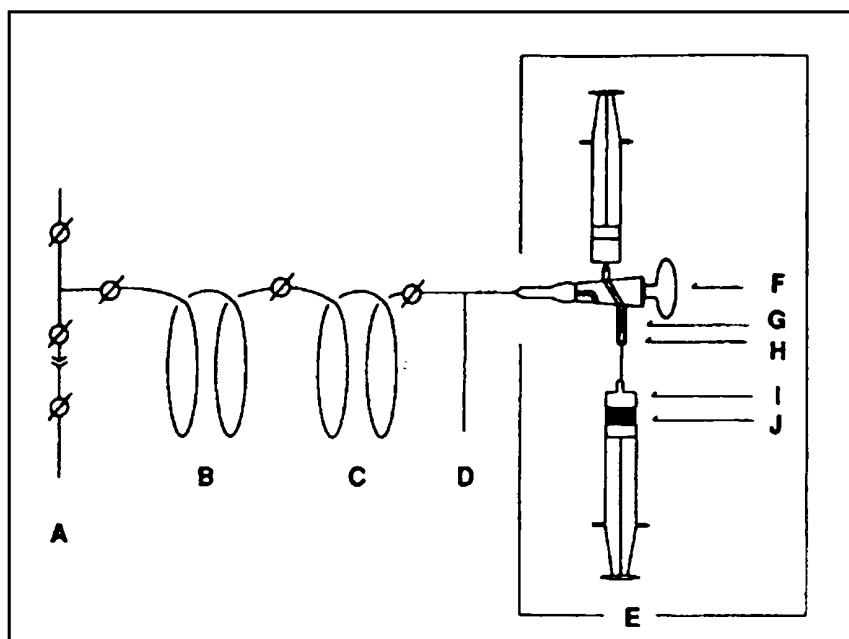


Рисунок А.1 — Лабораторная система для очистки двуокиси углерода
после завершения реакции изотопного обмена

А – приемная емкость для сбора очищенной двуокиси углерода; В – ловушка № 2; С – ловушка № 1; D – переходник; Е – приемное устройство, состоящее из:

– запорного крана, G – стеклянного капилляра, H – мембранны из силиконовой резины, I – двуокись углерода в верхней части шприца; J – проба.

Приложение Б
(справочное)**Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока с сахаросодержащим сиропом из сахарной свеклы**

Б.1 Результаты эксперимента по оценке точности метода определения изотопного состава кислорода, проведенного в рамках межлабораторного исследования концентрированного апельсинового сока с долей сахаросодержащего сиропа из сахарной свеклы от 0 % до 40 %, приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Продукт	Среднее арифметическое значение $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$, ‰	Показатель повторяемости S_r , ‰	Предел повторяемости r , ‰	Показатель воспроизводимости S_R , ‰	Предел воспроизводимости R , ‰	Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r , ‰	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R , ‰
Доля сахаросодержащего ингредиента 0 % и 10 % (апельсиновый сок)	12,24	0,88	2,44	1,81	5,01	7,2	14,8
Доля сахаросодержащего ингредиента 30 % и 40 % (апельсиновый сок)	6,73	0,30	0,83	1,76	4,88	4,50	26,10

П р и м е ч а н и е – Расчетные значения пределов повторяемости и воспроизводимости: $r = 2,77S_r$, $R = 2,77S_R$.

Б.2 Значения показателя $\delta^{18}\text{O}_{\text{SMOW}}$, составляющие менее 8,9 ‰ в водной фракции жидкого продукта, свидетельствуют о присутствии добавленных сахаросодержащих ингредиентов, включающих геологическую воду (например, сиропы из сахарной свеклы и т. п.).

Библиография

- [1] Journal of AOAC International, 1992.-
75.- pp. 1107-1111
Delta ^{18}O measurements in water for detection of sugar beet-derived syrups in frozen concentrated orange juice: collaborative study
- [2] AOAC International
Official Method 992.09
Sugar-Beet-Derived Syrups in Frozen Concentrated Orange Juice.
 δ ^{18}O Measurements in Water. Stable Isotope ratio mass Spectrometric Method. First Action 1992, Final Action 1997, Revised: March 1998.

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080.01

ТН ВЭД 2007, 2009

Ключевые слова: пищевые продукты растительного происхождения, определение сахаросодержащих ингредиентов, метод масс-спектрометрии стабильных изотопов кислорода

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84^{1/8}.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 548

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru