МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34123.1—2017

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового и овощного сырья

Часть 1

Определение массовой доли органических кислот

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт кондитерской промышленности» (ФГБНУ «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-П)

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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 сентября 2017 г. № 1092-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34123.1—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2018 г.

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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2018

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения массовой доли фруктового и овощного сырья

Часть 1

Определение массовой доли органических кислот

Confectionery. Methods for determination of mass fraction of fruit and vegetable raw materials. Part 1. Determination of organic acids mass fraction

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, изготовленные с использованием фруктово-ягодного и/или овощного сырья, и устанавливает метод определения массовой доли органических кислот (щавелевой, винной, яблочной, лимонной) с использованием капиллярного электрофореза.

Диапазон определения массовой доли органических кислот — от 0,05 % до 1,0 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике**

ГОСТ 5904—82 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10521—78 Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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 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 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 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... 93,3—107 кПа;
- относительная влажность воздуха ..... не более 75 %;
- напряжение в сети ..... (220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Система капиллярного электрофореза с положительной полярностью источника высокого напряжения, оснащенная кварцевым капилляром (эффективная длина — не менее 50 см), диодно-матричным детектором, позволяющим регистрировать оптическое поглощение в диапазоне длин волн от 210 до 280 нм.

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,2 мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 класса точности I с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

pH-метр диапазоном измерений pH от 1 до 14 ед. pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,02 ед. pH.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения не менее 3000 об/мин.

Баня ультразвуковая, обеспечивающая поддержание температуры до 80 °С.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С с погрешностью не более ± 2 °С.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерений 0—100 °С с ценой деления 1 °С, с пределом допускаемой погрешности ± 2 °С по ГОСТ 28498.

Аквадистиллятор.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 1—5 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,1—1 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 0,5 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,005—0,05 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Пипетки градуированные номинальной вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2—50—1, 2—100—1 и 2—1000—1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 3—500, 1—250 или 3—250, 3—25 и 3—50 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—10 ТС, В-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки ВФ-1—56 ХС по ГОСТ 25336.

Виалы стеклянные объемом 4 $см^3$ с герметично закрывающимися пластмассовыми крышками и септами.

Виалы стеклянные объемом 30 $см^3$ с герметично закрывающимися пластиковыми винтовыми крышками.

Пробирки центрифужные из полипропилена объемом 50 $см^3$ с винтовыми крышками.

Фильтры мембранные с порами диаметром не более 0,45 мкм.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочка стеклянная.

Ступка фарфоровая диаметром не более 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота бензойная, ч. д. а. по ГОСТ 10521.

Этилендиаминтетрауксусная кислота, массовая доля основного вещества не менее 99,0 % ($C_{10}H_{16}N_2O_8$).

Диэтаноламин, массовая доля основного вещества не менее 99,7 % ($C_4H_{11}NO_2$).

Цетилтриметиламмония бромид, массовая доля основного вещества не менее 99,8 % ($C_{19}H_{42}BrN$).

Гидроокись натрия, х. ч. по ГОСТ 4328.

Кислота соляная, х. ч. по ГОСТ 3118.

Кислота лимонная, массовая доля основного вещества не менее 99,5 %.

Кислота щавелевая, массовая доля основного вещества не менее 99,0 % ($C_2H_2O_4$).

Кислота винная, массовая доля основного вещества не менее 99,5 % ($C_4H_6O_6$).

Кислота яблочная, массовая доля основного вещества не менее 99,0 % ($C_4H_6O_5$).

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

7 Сущность метода

Метод определения массовой доли органических кислот с использованием капиллярного электрофореза основан на миграции и разделении анионных форм анализируемых компонентов под действием электрического поля вследствие их различной электрофоретической подвижности.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

Масса средней пробы для определения массовой доли органических кислот для кондитерских изделий, не указанных в ГОСТ 5904, составляет 400 г.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией *c* (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды и при перемешивании добавляют 4,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала — не более 6 мес.

9.2 Приготовление компонентов для буферного раствора

9.2.1 Приготовление раствора бензойной кислоты молярной концентрацией 20 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,244 г бензойной кислоты, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане при температуре 50—80 °С, раствор охлаждают, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

9.2.2 Приготовление раствора диэтаноламина молярной концентрацией 20 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,21 г диэтаноламина, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 2 мес.

9.2.3 Приготовление раствора цетилтриметиламмония бромида молярной концентрацией 20 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,73 г цетилтриметиламмония бромида, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения при нагревании на водяной бане при температуре 50—80 °С, раствор охлаждают, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят перед использованием.

9.2.4 Приготовление раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты молярной концентрацией 4 ммоль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,117 г этилендиаминтетрауксусной кислоты, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают, доводят объем до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре— не более 6 мес.

9.3 Приготовление буферного раствора

Для приготовления 20 см^3 буферного раствора в сухую емкость приливают 10 см^3 раствора бензойной кислоты по 9.2.1, 9 см^3 раствора диэтаноламина по 9.2.2, 0,5 см^3 раствора цетилтриметиламмония бромида по 9.2.3 и 0,5 см^3 раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты по 9.2.4 и перемешивают. Затем полученный буферный раствор фильтруют через мембранный фильтр в центрифужную пробирку, центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин, после чего контролируют pH на pH-метре. Готовый буферный раствор должен иметь значение pH = (5,60 ± 0,02) ед. pH.

Примечание — Приготовленный буферный раствор содержит 10 ммоль/дм^3 бензойной кислоты, 9 ммоль/дм^3 диэтаноламина, 0,5 ммоль/дм^3 цетилтриметиламмония бромида и 0,1 ммоль/дм^3 этилендиаминтетрауксусной кислоты в 1 дм^3.

Раствор готовят в объеме, необходимом и достаточном для проведения работ в течение одного рабочего дня.

Содержимое одной виалы с рабочим буферным раствором можно использовать для выполнения не более пяти измерений.

9.4 Приготовление основных растворов органических кислот

9.4.1 Приготовление основного раствора щавелевой кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 10 мг щавелевой кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 50—60 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

9.4.2 Приготовление основного раствора винной кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 10 мг винной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 50—60 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

9.4.3 Приготовление основного раствора яблочной кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 10 мг яблочной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 50—60 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

9.4.4 Приготовление основного раствора лимонной кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Взвешивают 10 мг лимонной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 50—60 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают до полного растворения и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Полученный основной раствор фильтруют через мембранный фильтр и дегазируют на центрифуге в течение 10 мин при 2900 об/мин.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С — не более 1 мес.

9.5 Приготовление градуировочных растворов органических кислот

9.5.1 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 2 мг/дм^3

В виалу вместимостью 4 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 60 мм^3 основных растворов щавелевой (см. 9.4.1), винной (см. 9.4.2), яблочной (см. 9.4.3) и лимонной (см. 9.4.4) кислот и 2760 мм^3 дистиллированной воды.

Раствор готовят перед использованием.

9.5.2 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 5 мг/дм^3

В виалу вместимостью 4 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 150 мм^3 основных растворов щавелевой (см. 9.4.1), винной (см. 9.4.2), яблочной (см. 9.4.3) и лимонной (см. 9.4.4) кислот и 2400 мм^3 дистиллированной воды.

Раствор готовят перед использованием.

9.5.3 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 10 мг/дм^3

В виалу вместимостью 4 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 300 мм^3 основных растворов щавелевой (см. 9.4.1), винной (см. 9.4.2), яблочной (см. 9.4.3) и лимонной (см. 9.4.4) кислот и 1800 мм^3 дистиллированной воды.

Раствор готовят перед использованием.

9.5.4 Градуировочный раствор смеси органических кислот массовой концентрацией каждой кислоты 15 мг/дм^3

В виалу вместимостью 4 см^3 с помощью пипеточного дозатора вносят по 450 мм^3 основных растворов щавелевой (см. 9.4.1), винной (см. 9.4.2), яблочной (см. 9.4.3) и лимонной (см. 9.4.4) кислот и 1200 мм^3 дистиллированной воды.

Раствор готовят перед использованием.

9.6 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией *c* (HCl) = = 0,5 моль/дм^3 для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды, добавляют 40 см^3 соляной кислоты и перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не ограничен.

9.7 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией *c* (NaOH) = = 0,5 моль/дм^3 для промывания капилляра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 400—500 см^3 дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 20,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала — не более 6 мес.

9.8 Подготовка пробы

Для кондитерских изделий (мармелад, желейные конфеты, карамель с фруктовой начинкой, пастила, зефир и др.) готовят водный раствор образцов. При определении органических кислот проводят два измерения в условиях повторяемости.

Из средней пробы измельченного изделия по разделу 8 берут навеску массой 1 г, взвешенную с записью до третьего десятичного знака, помещают в виалу вместимостью 30 см^3, добавляют 25 см^3 дистиллированной воды и взбалтывают до получения однородной суспензии. Плотно закрывают крышкой и помещают в ультразвуковую баню.

Проводят экстракцию органических кислот на ультразвуковой бане:

- для пастильных изделий и зефира экстракцию кислот проводят при температуре 65 °С в течение 45 мин с целью осаждения белковых веществ;
- для остальных кондитерских изделий экстракцию кислот проводят при температуре 40 °С в течение 30 мин.

Затем экстракты фильтруют через мембранный фильтр в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2900 об/мин.

10 Проведение измерений

10.1 Подготовка системы капиллярного электрофореза к измерениям

Для детектирования органических кислот используют косвенный метод при длине волны 235 нм. Капилляр внутренним диаметром 75 мкм, общей длиной 60 см. Систему капиллярного электрофореза подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- рабочее напряжение — минус 17 кВ;
- рекомендуемая температура для анализа — 25 °С;
- длительность анализа — 15 мин;
- ввод пробы гидродинамический под давлением — 150 мбар × 9 с.

Примечание — Все растворы для системы капиллярного электрофореза должны быть профильтрованы через мембранный фильтр и дегазированы на центрифуге.

10.2 Подготовка капилляра

10.2.1 Подготовка нового капилляра

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При отсутствии в руководстве (инструкции) указаний к подготовке нового капилляра его последовательно промывают: дистиллированной водой — 10 мин, раствором 0,5 моль/дм^3 соляной кислоты по 9.6 — 30 мин, дистиллированной водой — 10 мин, раствором 0,5 моль/дм^3 гидроокиси натрия по 9.7 — 30 мин, дистиллированной водой — 10 мин и буферным раствором по 9.3 — 30 мин.

10.2.2 Подготовка капилляра к работе

Перед измерением подготавливают капилляр к работе, промывая его раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 4 мин (давление ввода — 1500 мбар), затем буферным раствором (см. 9.3) в течение 6 мин (давление ввода — 1500 мбар).

Капилляр промывают каждый раз при включении прибора.

10.2.3 Промывка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Между измерениями капилляр промывают раствором 0,1 моль/дм^3 гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 4 мин (давление ввода — 1500 мбар), затем буферным раствором (см. 9.3) в течение 6 мин (давление ввода — 1500 мбар).

После завершения измерений капилляр промывают в течение 10 мин раствором гидроокиси натрия (см. 9.1) и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с дистиллированной водой.

Примечание — При обнаружении на электрофореграммах дрейфа нулевой линии, ступеней и смещения времен миграции органических кислот рекомендуется:

- увеличить продолжительность промывания капилляра буферным раствором между измерениями;
- провести промывание капилляра буферным раствором при рабочем напряжении в течение 2—3 мин;
- заменить буферный раствор в виалах на входе и на выходе свежими порциями.

10.2.4 Условия хранения капилляра

Если перерыв в работе составляет:

- не более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают раствором гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 10 мин и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с дистиллированной водой;
- более 14 сут, то перед хранением капилляр промывают последовательно раствором гидроокиси натрия (см. 9.1) в течение 10 мин, дистиллированной водой в течение 10 мин, затем капилляр продувают воздухом в течение 10 мин. Хранят капилляр в сухом состоянии, при этом перед использованием капилляр подготавливают к работе по 10.2.1.

10.3 Градуировка прибора

10.3.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку прибора проводят, используя градуировочные растворы смеси органических кислот, приготовленные по 9.5, при заданных рабочих параметрах прибора по 10.1. При этом непосредственно перед измерениями подготавливают капилляр к работе по 10.2.2. Устанавливают в прибор градуировочные растворы органических кислот и анализируют их в порядке возрастания массовой концентрации. Оптическое поглощение (высота пика) соответствующей кислоты определяют в двух параллельных определениях. Пример электрофореграммы представлен на рисунке А.1 приложения А.

Устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости оптического поглощения соответствующей кислоты от ее массовой концентрации в градуировочном растворе смеси кислот и вычисляют коэффициент корреляции с помощью программы.

Градуировочные характеристики признаются приемлемыми, если соблюдается следующее требование:

- коэффициент корреляции должен быть не менее 0,9.

При несоблюдении требования находят причины несоответствия и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта или длительного простоя прибора, при смене партии хотя бы одного из компонентов буферного раствора, при изменении хотя бы одного из параметров или характеристик прибора (см. 10.1), а также при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 10.3.2) градуировку прибора проводят заново.

10.3.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют перед началом анализа проб после промывания капилляра в соответствии с 10.2.2, используя в качестве контрольного образца градуировочный раствор, содержащий определяемые органические кислоты в концентрациях, соответствующих середине диапазонов градуировочных характеристик (см. 9.5.3).

Контрольный образец анализируют при заданных параметрах прибора по 10.1. Результаты первого измерения (оптическое поглощение) не используют.

Используя градуировочную характеристику (см. 10.3.1), устанавливают значение массовой концентрации конкретной органической кислоты в контрольном образце $C_к$ (мг/дм^3).

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия:

$$\left|C_к - C_0\right| \le 0{,}01 \cdot G \cdot C_0, \qquad (1)$$

где $C_к$ — установленное значение массовой концентрации конкретной органической кислоты, мг/дм^3;

C_0 — действительная массовая концентрация конкретной органической кислоты в контрольном растворе, использованном для контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм^3;

G — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %, рассчитываемый по формуле

$$G = 0,8 \cdot \delta, \quad (2)$$

где δ — границы относительной погрешности (см. таблицу 1), %.

10.4 Порядок выполнения измерений

10.4.1 Промывают капилляр в соответствии с требованиями 10.2.3.

10.4.2 Приготовленный водный экстракт пробы по 9.8 разводят в виале вместимостью 4 см^3, для этого в виалу пипеточным дозатором помещают 300 мм^3 экстракта и 2700 мм^3 дистиллированной воды. Виалу помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят измерения при заданных параметрах, указанных в 10.1.

На электрофореграмме идентифицируют определяемые органические кислоты, сравнивая с электрофореграммой градуировочного раствора 9.5.3 по времени миграции. Определяют оптическое поглощение для каждой определяемой органической кислоты из электрофореграммы.

10.4.3 При сомнении в идентификации кислоты используют метод добавок.

В виалу вместимостью 4 см^3 пипеточным дозатором помещают 300 мм^3 экстракта анализируемой пробы (см. 9.8), 300 мм^3 основного раствора предполагаемой кислоты и 2400 мм^3 дистиллированной воды. Виалу помещают в систему капиллярного электрофореза и проводят анализ при условиях, указанных в 10.1.

Если на полученной электрофореграмме высота пика увеличилась, то кислота идентифицирована правильно, если появился новый пик, то кислота идентифицирована неверно.

11 Обработка результатов

11.1 Массовую долю органических кислот C, %, в изделиях рассчитывают по формуле

$$C = \frac{C_{ст} \cdot A \cdot V}{A_{ст} \cdot m \cdot 1000}, \quad (3)$$

где C — массовая доля конкретной кислоты, %;
$C_{ст}$ — массовая доля кислоты в градуировочном растворе, мг/дм^3;
A — оптическое поглощение кислоты в анализируемой пробе, %;
V — объем воды, взятый для приготовления раствора анализируемой пробы, см^3;
$A_{ст}$ — оптическое поглощение кислоты в градуировочном растворе, %;
m — масса анализируемой пробы, г;
1000 — коэффициент перевода дм^3 в см^3.

11.2 Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения массовой доли органических кислот в кондитерских изделиях принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|C_1 - C_2| \le 0,01 \cdot r_{отн} \cdot C_{ср}, \quad (4)$$

где C_1 и C_2 — результаты двух параллельных определений, %;
$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1, %;
$C_{ср}$ — среднеарифметическое значение C_1 и C_2, %.

11.3 Результат определения массовой доли органических кислот представляют в виде

$$(C_{ср} \pm \Delta)\ \% \text{ при } P = 0,95, \quad (5)$$

где $C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли органических кислот, %;

Δ — значение абсолютной погрешности определения массовой доли органических кислот, %, которое рассчитывают по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot C_{ср}, \quad (6)$$

где δ — границы относительной погрешности (см. таблицу 1), %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах и с показателем точности и пределами повторяемости и воспроизводимости при P = 0,95, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой доли, %	Предел повторяемости (сходимости) (n = 2), P = 0,95, $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (сходимости) (m = 2), P = 0,95, $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %, P = 0,95
0,05—1,0	13	20	14

12 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 6.2).

Приложение А
(справочное)

Пример типовой электрофореграммы раствора органических кислот

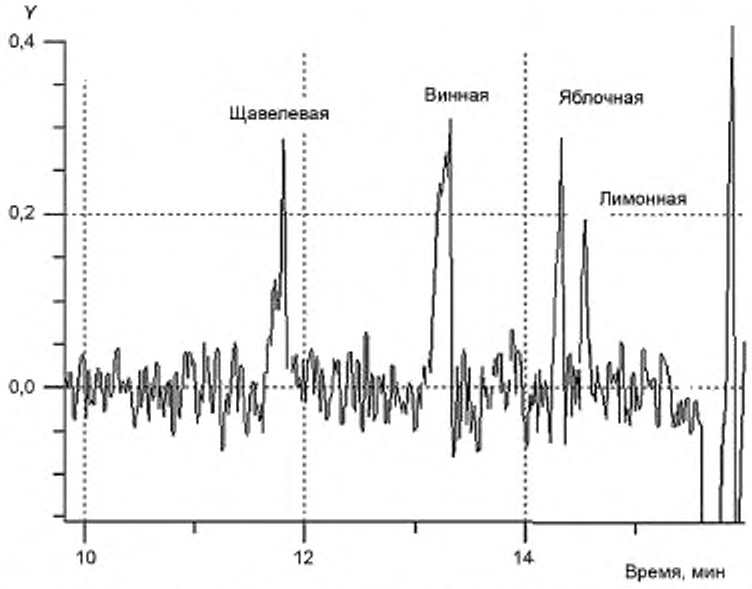

Рисунок А.1 — Электрофореграмма градуировочного раствора смеси органических кислот концентрацией каждой кислоты 10 мг/дм^3

УДК 664.14:543.06:006.354 МКС 67.180.10

Ключевые слова: кондитерские изделия, мармелад, зефир, пастильные изделия, методы испытаний, массовая доля фруктового и овощного сырья, фруктовое сырье, органические кислоты, капиллярный электрофорез

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Половой*

Сдано в набор 22.11.2018. Подписано в печать 04.12.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru