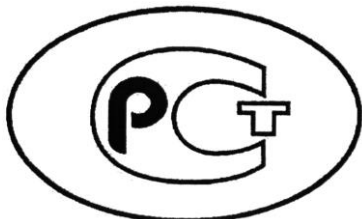

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
*(проект, RU
первая редакция)*

ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

Определение массовой доли пропионовой кислоты методом капиллярного электрофореза

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения

Москва
Российский институт стандартизации
2022

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным научным учреждением «Научно-исследовательский институт хлебопекарной промышленности» (ФГАНУ НИИХП)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 003 «Хлебобулочные и макаронные изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от
№

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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 (www.rst.gov.ru)

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	
2 Нормативные ссылки	
3 Термины и определения	
4 Сущность метода	
5 Условия проведения измерений	
6 Требования безопасности	
7 Средства измерений и вспомогательное оборудование	
8 Подготовка к проведению испытаний	
9 Проведения испытаний	
10 Обработка результатов	
11 Метрологические характеристики	
Приложение А	
Библиография	

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИЗДЕЛИЯ ХЛЕБОБУЛОЧНЫЕ

Определение массовой доли пропионовой кислоты методом капиллярного электрофореза

Bakery products.

Determination of the propionic acid mass fraction by capillary electrophoresis

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хлебобулочные изделия и устанавливает метод определения массовой доли пропионовой кислоты методом капиллярного электрофореза в диапазоне измерений от 0,05% до 8,0 % включ.

В условиях проведения анализа невозможно раздельное определение индивидуальных форм кислот и их солей. Результат анализа предоставляют в суммарном виде в пересчете на пропионовую кислоту, либо на ее соль.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 245 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4172 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5667 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 9846 Хлебцы хрустящие. Технические условия

ГОСТ 11270 Изделия хлебобулочные. Соломка. Общие технические условия

ГОСТ 16317 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

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

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

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 30317 Изделия хлебобулочные сухарные. Общие технические условия

ГОСТ 32124 Изделия хлебобулочные бараночные. Общие технические условия

ГОСТ 32677 Изделия хлебобулочные. Термины и определения

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

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52501 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. 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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1]–[4], ГОСТ 5667 и ГОСТ 32677, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 массовая доля пропионовой кислоты в хлебобулочных изделиях:
Массовая доля пропионовой кислоты и ее солей пропионатов по отдельности или в комбинации в пересчете на пропионовую кислоту, определенная в соответствии с методом, изложенным в настоящем стандарте, и выраженная в процентах в пересчете на 100 г целого изделия.

4 Сущность метода

Метод основан на извлечении компонентов из проб дистиллированной водой и их дальнейшем разделении, вследствие различий электрофоретической подвижности в процессе миграции по кварцевому капилляру в электролите под действием электрического поля, с последующей регистрацией разницы оптического поглощения электролитом и анионных форм определяемых компонентов в ультрафиолетовой области спектра.

5 Условия проведения измерения

5.1 При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха не более 85 %.

5.2 К выполнению и обработке результатов измерений допускаются лица, имеющие профессиональное образование, освоившие настоящую методику, прошедшие обучение работе с приборами и соответствующий инструктаж по технике безопасности.

6 Требования безопасности

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

6.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

6.3 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ 12.1.019.

6.4 Организация обучения персонала безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

6.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

7 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Система капиллярного электрофореза (далее - прибор) с источником высокого напряжения отрицательной полярности, оснащенная кварцевым капилляром с общей длиной от 50 до 75 см и внутренним диаметром 50 мкм, спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения при длине волны от 190 до 200 нм, и компьютером с программным обеспечением для регистрации и обработки электрофореграмм.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) или высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,0001 г и нагрузкой не менее 100 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности с действительной ценой деления 0,01 г и нагрузкой не менее 200 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

Устройство для перемешивания проб с подогревом.

Электроплитка бытовая.

Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

Колбы мерные 2(2а)-25(50, 100)-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-100-14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

Стаканы В-1(2)-250-ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1(3)-50 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)-1 (1а, 2, 2а)-2-1(5, 10) по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной меткой 1-2-50 по ГОСТ 29169

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10–100 мм³, 100–1000 мм³, 1000–5000 мм³ по ГОСТ 28311.

Пробирки однократного применения (типа Эппендорф) вместимостью 1,5 см³.

Виалы с завинчивающимися крышками для хранения растворов вместимостью 10–40 см³.

Полиэтиленовые емкости с завинчивающимися крышками или стеклянные емкости с притертыми крышками для хранения растворов вместимостью 25, 50, 100 см³.

Шприцы медицинские одноразовые вместимостью 10 (20) см³ по ГОСТ ISO 7886-1.

Фильтры целлюлозно-ацетатные (размер пор 0,2 мкм, диаметр 25 мм).

Пропионат натрия с массовой долей основного вещества не менее 98%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Изопропиловый спирт абсолютированный по ГОСТ 9805.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х.ч.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный по ГОСТ 245, ч.д.а.

Цетилтриметиламмония бромид (ЦТАБ), массовая доля основного вещества не менее 98%

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (далее дистиллированная вода)

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

8 Подготовка к проведению испытаний

8.1 Отбор проб

8.1.1 Отбор проб хлебобулочных изделий – по ГОСТ 5667.

8.1.2 Отбор проб бараночных изделий – по ГОСТ 32124.

8.1.3 Отбор проб сухарных хлебобулочных изделий – по ГОСТ 30317.

8.1.4 Отбор проб хлебцев хрустящих – по ГОСТ 9846.

8.1.5 Отбор проб соломки, хлебных палочек – по ГОСТ 11270.

8.2 Подготовка проб к испытанию

8.2.1 Из хлебобулочных изделий, не удаляя включения (повидло, варенье, изюм и т. п.), вырезают часть, в которой соотношение между количеством мякиша, корки, начинки (цукатов, винограда сушеного, орехов, мака и др.), отделки, обсыпки и т. д. такое же, как и в целом изделии. Масса выделенной пробы должна быть не менее 50 г.

8.2.2 Весовые и штучные хлебобулочные изделия массой менее 0,1 кг анализируют целиком.

8.2.3 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой от 0,1 до 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на две равные части;
- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм (у нарезанных изделий отделяют первый заветренный ломоть). Оставшуюся часть изделия разрезают на две равные части.

8.2.4 При подготовке к проведению измерений весовых и штучных хлебобулочных изделий массой более 0,2 кг:

- целые изделия разрезают на четыре равные части. Из хлебобулочных изделий округлой формы допускается вырезать сегмент массой не менее 50 г таким образом, чтобы линии среза проходили через центр изделия.

- у образцов, состоящих из части изделия, предварительно срезают заветренную часть, делая сплошной срез толщиной от 4 до 8 мм (у нарезанных изделий отделяют первый заветренный ломоть). Оставшуюся часть изделия разрезают на четыре равные части.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

8.2.5 Порядок подготовки к проведению измерений, выпеченных штучных хлебобулочных изделий специфической формы, устанавливают в нормативных документах на эти изделия.

8.2.6 При подготовке к проведению измерений хлебобулочных изделий пониженной влажности (бараночных изделий, сухарей и т. д.) хлебобулочные изделия вместе с включениями и отделкой измельчают на терке, в ступке или на ножевом электрическом измельчителе.

8.2.7 Куски изделий, подготовленных по 8.2.1–8.2.6, не удаляя включения (повидло, варенье, изюм и т. п.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром и т.п.) измельчают в крошку на ножевом электрическом измельчителе, перемешивают и сразу же берут навески.

Начинку и крупные включения рекомендуется предварительно отделять от основы, измельчать отдельно и соединять с измельченной основой. Однородные начинки допускается предварительно не измельчать.

8.3 Подготовка лабораторной посуды

8.3.1 Лабораторную посуду моют разбавленным раствором щелочи, например, 1 %-ным раствором гидроксида натрия, без применения других моющих средств, тщательно промывают водопроводной и многократно ополаскивают дистиллированной водой.

8.3.2 Все наконечники и пробирки типа Эппендорф используются однократно. Запрещается погружать наконечник во весь объем раствора.

8.4 Подготовка капилляра к работе

8.4.1 Подготовка нового капилляра или капилляра после сухого хранения

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

8.4.2 Ежедневная подготовка капилляра к работе

Перед проведением измерений капилляр последовательно промывают дистиллированной водой в течение 3 мин, раствором гидроксида натрия (см. 8.5.1) – 5 мин, дистиллированной водой – 5 мин, затем фоновым электролитом (см. 8.5.7) в течение 5 мин.

Для проверки состояния капилляра контрольный раствор (см. 8.6.5) дважды анализируют в условиях, указанных в таблице 2. При этом в первую очередь обращают внимание на стабильность времен миграции компонентов.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

8.4.3 Подготовка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня
Непосредственно перед проведением измерений капилляр промывают
фоновым электролитом (см. 8.5.7) в течение 2 мин.

После проведения измерения капилляр промывают тем же электролитом в
течение 3 мин.

При увеличении времени миграции компонентов на электрофореграмме на
5 % и более рекомендуется:

- заменить фоновый электролит в пробирках на входе и на выходе другими
порциями фонового электролита;

- промыть капилляр в следующей последовательности: дистиллированной
водой в течение 3 мин, раствором гидроксида натрия (см. 8.5.1) – 5 мин,
дистиллированной водой – 5 мин и фоновым электролитом (см. 8.5.7) – 5 мин.

В случае сильного загрязнения капилляра допускается промывка капилляра
по следующей схеме: дистиллированной водой в течение 1 мин, раствором
серной кислоты (разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1 по
объему) – 5 мин, дистиллированной водой – 3 мин, другой порцией
дистиллированной воды – 2 мин, раствором гидроксида натрия (см. 8.5.1) – 5 мин,
дистиллированной водой – 5 мин, фоновым электролитом (см. 8.5.7) – 5 мин.

После завершения измерений капилляр промывают дистиллированной
водой в течение 2 мин, раствором соляной кислоты (см. 8.5.2) – 10 мин,
дистиллированной водой – 5 мин и оставляют концы капилляра погруженными в
пробирки с дистиллированной водой.

Примечание - Допускается изменять процедуры промывки капилляра.
Выбирают оптимальную по времени и по промывочным растворам процедуру
подготовки капилляра между измерениями и строго ее соблюдают. Невыполнение
этого условия приводит к ухудшению стабильности времен миграции
определяемых компонентов.

8.5 Приготовление растворов

8.5.1 Приготовление раствора гидроксида натрия для промывки капилляра

В стакан вместимостью 250 см³ помещают 2 г гидроксида натрия и
добавляют 100 см³ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора при комнатной температуре в полиэтиленовой
емкости - не более 6 мес.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

8.5.2 Приготовление раствора соляной кислоты для промывки капилляра
В стакан вместимостью 250 см³ помещают 100 см³ дистиллированной воды, затем приливают 8 см³ соляной кислоты.

Срок хранения раствора при комнатной температуре не ограничен.

8.5.3 Приготовление раствора фосфорнокислого натрия двузамещенного молярной концентрации 0,188 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (6,73±0,01) г 12-водного фосфорнокислого двузамещенного натрия, добавляют от 50 до 60 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре – не более 3 мес.

8.5.4 Приготовление раствора фосфорнокислого натрия однозамещенного молярной концентрации 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают (1,56±0,01) г 2-водного фосфорнокислого однозамещенного натрия, добавляют от 50 до 60 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при комнатной температуре – не более 3 мес.

8.5.5 Приготовление фосфатного буферного раствора молярной концентрации 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 50 см³ раствора фосфорнокислого двузамещенного натрия (см. 8.5.3) и 5,0 см³ раствора фосфорнокислого однозамещенного натрия (см. 8.5.4), перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

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

8.5.6 Приготовление раствора цетилтриметиламмония бромид (ЦТАБ) молярной концентрации 0,01 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают (0,091±0,001) г ЦТАБ, добавляют 10-15 см³ дистиллированной воды и перемешивают. При необходимости нагревают на водяной бане при температуре не более 50 °С. После полного растворения объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

Во время хранения раствора допускается выпадение осадка. В этом случае перед использованием раствор необходимо нагреть на водяной бане до растворения кристаллов.

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

8.5.7 Приготовление фонового электролита

В виале вместимостью 15–20 см³ смешивают 9,5 см³ фосфатного буфера (см. 8.5.5), 0,1 см³ раствора ЦТАБ (см. 8.5.6) и 0,5 см³ изопропилового спирта, тщательно перемешивают.

Приготовленный раствор содержит 95,0 ммоль/дм³ фосфат-ионов, 0,1 ммоль/дм³ ЦТАБ. Объемная доля изопропилового спирта составляет 5%.

Срок хранения раствора при комнатной температуре – не более 2 недель.

8.6 Приготовление основных, градуировочных и контрольных растворов

8.6.1 Приготовление основного раствора пропионовой кислоты

В мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят (65,0±0,5) мг пропионата натрия, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Номинальное значение массовой концентрации C_n , в пересчете на пропионовую кислоту (фактор пересчета $f = 0,77$) в основном растворе составляет 2000 мг/дм³. Фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты C_0 , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V} f, \quad (1)$$

где m – масса навески пропионата натрия, мг;

V – объем приготовленного раствора, дм³ (0,025 дм³);

f – фактор пересчета.

Срок хранения основного раствора пропионовой кислоты при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 3 мес.

8.6.2 Приготовление градуировочного раствора №1

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 2,5 см³ основного раствора пропионовой кислоты (см.8.6.1), объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

Таблица 1 – Значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочных и контрольном растворах, мг/дм³

Наименование раствора	Массовая концентрация пропионовой кислоты в растворе, мг/дм ³
Градуировочный раствор №1	200
Градуировочный раствор №2	40
Градуировочный раствор №3	20
Контрольный раствор	100

Допускается использование иных по количественному составу градуировочных и контрольного растворов, содержащих определяемый компонент в концентрациях, соответствующих диапазону градуировочной характеристики (см. 8.7.1).

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе №1 приведены в таблице 1. Фактическое значение массовой концентрации кислоты C_1 , мг/дм³, вычисляют по формуле:

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_1}, \quad (2)$$

где C_0 – фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в основном растворе, вычисленное по формуле (1), мг/дм³;

V_0 – объем основного раствора кислоты по 8.6.1 использованного при приготовлении градуировочного раствора №1, см³;

V_1 – объем приготовленного градуировочного раствора №1, см³.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 2 недель.

8.6.3 Приготовление градуировочного раствора №2

В виалу вместимостью 10–12 см³ помещают 1,0 см³ градуировочного раствора №1 (см. 8.6.2), добавляют 4,0 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе №2 приведены в таблице 1. Фактическое значение массовой концентрации кислоты C_2 , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_{1,2}}{V_2}, \quad (3)$$

где C_1 – фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе №1, вычисленное по формуле (2), мг/дм³;

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

$V_{1,2}$ – объем градуировочного раствора №1, использованный для приготовления градуировочного раствора №2, см³;

V_2 – объем приготовленного градуировочного раствора №2, см³.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 7 сут.

8.6.4 Приготовление градуировочного раствора №3

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 2,5 см³ градуировочного раствора №1 (см. 8.6.2), объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе №3 приведены в таблице 1. Фактические значения массовой концентрации каждой кислоты C_3 , мг/дм³, вычисляют по формуле:

$$C_3 = \frac{C_1 \cdot V_{1,3}}{V_3}, \quad (4)$$

где C_1 - фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе №1, вычисленное по формуле (2), мг/дм³;

$V_{1,3}$ – объем градуировочного раствора №1, использованный для приготовления градуировочного раствора №3, см³;

V_3 – объем приготовленного градуировочного раствора №3, см³.

Раствор используют в день приготовления.

8.6.5 Приготовление контрольного раствора

В виалу вместимостью 15–20 см³ помещают 5,0 см³ градуировочного раствора №1 (см. 8.6.2), добавляют 5,0 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Номинальные значения массовой концентрации пропионовой кислоты в контрольном растворе приведены в таблице 1. Фактические значения массовой концентрации кислоты C_k , мг/дм³, вычисляют по формуле:

$$C_k = \frac{C_1 \cdot V_{1,k}}{V_k}, \quad (5)$$

Где C_1 – фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в градуировочном растворе №1, вычисленное по формуле (2), мг/дм³;

$V_{1,k}$ – объем градуировочного раствора №1, использованный для приготовления контрольного раствора, см³;

V_k – объем приготовленного контрольного раствора, см³.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

Контрольный раствор используется для контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.7).

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С – не более 7 сут.

8.7 Градуировка системы и контроль стабильности градуировочной характеристики

8.7.1 Градуировка системы

Перед измерением все растворы центрифугируют в течение 5 мин с частотой вращения не менее 5000 об/мин.

Непосредственно перед анализом подготавливают капилляр в соответствии с 8.4.2. Между анализами капилляр промывают согласно 8.4.3.

Для проведения градуировки системы регистрируют электрофореграммы градуировочных растворов, приготовленных по 8.6.2-8.6.4, в условиях, указанных в таблице 2.

Рабочие параметры для конкретного прибора подбирают таким образом, чтобы при измерении градуировочных растворов достигалось разделение пиков органических кислот с коэффициентом разделения не менее 0,9.

Длину волны детектирования выбирают в области 190–200 нм таким образом, чтобы высота пиков компонентов в градуировочных растворах была максимальной. Подобранные параметры анализа фиксируют и используют для записи электрофореграмм градуировочных растворов и растворов, полученных при подготовке проб.

Таблица 2 – Условия проведения измерений

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	190–200
Температура, °С	20
Ввод пробы гидродинамический, мбар·с	от 400 до 450
Напряжение, кВ	от минус 20 до минус 15*
Фоновый электролит	раствор по 8.5.7

* Рекомендуется выбирать напряжение таким образом, чтобы величина тока во время анализа не превышала 80 мкА.

Диапазон градуировочной характеристики для пропионовой кислоты составляет: от 20 до 200 мг/дм³.

Пример электрофореграммы градуировочного раствора приведен в приложении А.

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

На полученной электрофореграмме проверяют правильность автоматической разметки пиков и, если необходимо, корректируют ее.

Затем обрабатывают электрофореграмму согласно процедуре градуировки в соответствии с Руководством пользователя программного обеспечения, используемого для сбора и обработки данных.

Градуировочная характеристика признается приемлемой при выполнении следующих условий:

- значение коэффициента корреляции, рассчитанное программой, более 0,99;
- отклонение в каждой точке градуировочной характеристики не превышает 8% или относительное среднее квадратическое отклонение не превышает 4%.

При несоблюдении указанных требований находят причины несоответствий и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта, при смене партии хотя бы одного из компонентов фонового электролита, изменении одного из параметров проведения измерений (см. таблицу 2), а также получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.7.2) градуировку прибора проводят заново.

Примечание – Необходимо через четыре–пять анализов пробирки на входе и выходе заново заполнять другими порциями фонового электролита.

8.7.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится в начале рабочего дня перед измерениями.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольный раствор по 8.6.5, который анализируют не менее двух раз в условиях, указанных в таблице 2.

На полученных электрофореграммах проводят автоматическую идентификацию компонента, установив ширину окна идентификации 5 %. При необходимости вносят программную коррекцию номера пика или времени миграции.

При помощи программного обеспечения вычисляют массовую концентрацию пропионовой кислоты в контрольных растворах для каждого ввода

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

$C_{к,1}$ и $C_{к,2}$, мг/дм³, используя действующую на данный момент градуировочную характеристику, установленную по 8.7.1.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если для каждого ввода ($i=1, 2$) контрольного раствора выполняется условие:

$$|C_{к,i} - C_{к}| \leq 0,1 \cdot C_{к} , \quad (6)$$

где $C_{к,i}$ – измеренная массовая концентрация пропионовой кислоты в контрольном растворе i -го ввода, мг/дм³;

$C_{к}$ – фактическая массовая концентрация пропионовой кислоты в контрольном растворе, мг/дм³.

При невыполнении условия по формуле (6) хотя бы для одного ввода промывают капилляр по 8.4.3 и заново анализируют контрольный раствор еще два раза. При повторных отклонениях, превышающих указанные нормативы, заново градуируют систему.

9 Проведения испытаний

9.1 Приготовление анализируемого раствора

Для каждой пробы проводят два параллельных испытания в условиях повторяемости.

Навеску измельченной и гомогенизированной пробы массой (5000±200) мг, взвешенной с погрешностью не более ±1 мг, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50 см³ дистиллированной воды подогретой до температуры 60-70 °С, и встряхивают в течение 15 минут на перемешивающем устройстве при комнатной температуре. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят раствор до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Полученный раствор центрифугируют в пробирках типа Эппендорф в течение 5 мин с частотой вращения не менее 5000 об/мин или фильтруют через одноразовый мембранный фильтр, отбрасывая первый 1 см³ фильтрата. Фильтрат (центрифугат) переносят в виалу. Объем полученного фильтрата (центрифугата) должен составлять не менее 1,5 см³.

Полученные водные растворы анализируют в день приготовления. Не допускается хранение водного раствора над осадком.

9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм

Для каждого из двух параллельно подготовленных по 9.1 растворов регистрируют по одной электрофореграмме в условиях, указанных в таблице 2.

Примеры электрофореграмм подготовленных проб приведены в приложении А.

На полученных электрофореграммах проверяют правильность автоматической разметки пика и при необходимости корректируют ее. Используя программное обеспечение, проводят идентификацию пропионовой кислоты по совпадению времен ее миграции в анализируемом и контрольном растворах при ширине окна идентификации не более 5%.

Если анализируемые компоненты обнаружены, то определяют их массовую концентрацию с использованием градуировочной характеристики, установленной по 8.7.1.

Если измеренные значения массовой концентрации пропионовой кислоты превышают верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то подготовленный по 9.1 раствор разбавляют дистиллированной водой так, чтобы значение массовой концентрации компонента в разбавленном растворе находилось в середине диапазона измеряемых значений. Коэффициент разбавления Q_1 вычисляют по формуле:

$$Q_1 = \frac{V_p}{V_{ал}}, \quad (7)$$

где V_p – объем разбавленного раствора, см³;

$V_{ал}$ – объем анализируемого раствора (см. 9.1), взятый для разбавления, см³.

Примечания:

1 На стадии освоения методики для идентификации компонентов рекомендуется использовать метод добавок. Определяемый компонент вводят в подготовленную пробу таким образом, чтобы массовая концентрация добавки составила от 50 % до 150 % от предварительно измеренной. Увеличение высоты соответствующего пика подтверждает правильность идентификации. Аналогичную процедуру рекомендуется проводить при анализе проб, идентификация пиков которых вызывает сомнения.

2 На электрофореграмме реальных образцов могут наблюдаться пики неорганических анионов (хлоридов и нитратов), других органических кислот (молочной, уксусной, лимонной).

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю пропионовой кислоты в пробе X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot C_{\text{изм}} \cdot Q_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (8)$$

где V – объем дистиллированной воды, взятый для получения анализируемого раствора по 9.1, см³ (100 см³);

$C_{\text{изм}}$ – измеренное значение массовой концентрации органической кислоты в анализируемом растворе, мг/дм³;

Q_1 – коэффициент разбавления (см. 9.2);

100 – коэффициент пересчета в проценты;

m – масса анализируемой пробы, мг;

1000 – коэффициент согласования размерности единиц измерения объема.

10.2 Если результат измерений массовой доли пропионовой кислоты необходимо представить в пересчете на другие химические соединения, то значения, полученные по формуле (8), умножают на соответствующие коэффициенты. Значения коэффициентов для наиболее часто встречающихся форм пропионатов представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Коэффициенты пересчета

Наименование органической кислоты	Соединение органической кислоты	Коэффициент пересчета
Пропионовая кислота	Пропионат натрия	1,30
	Пропионат калия	1,36
	Пропионат кальция	1,26

10.3 За результат измерений массовой доли органической кислоты в пробе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (см. 11).

11 Метрологические характеристики

11.1 Результат измерений массовой доли пропионовой кислоты в пробе может быть представлен в виде $\bar{X} \pm U$, %, при этом U – показатель точности

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

измерений (расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2), рассчитывают по формуле:

$$U = 0,01 \cdot U_{отн} \cdot \bar{X}, \quad (9)$$

где 0,01 – коэффициент пересчета;

$U_{отн}$ – относительная расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2 (численное значение приведено в таблице 4);

\bar{X} – среднеарифметическое значение массовой доли пропионовой кислоты для двух параллельных определений (X_1, X_2), %.

Таблица 4 – Значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Определяемая кислота	Диапазон измерений, % (г/100 г)	Предел повторяемости, r , %	Критическая разность, $CD_{0,95}$, %	Относительная расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2*, $U_{отн}$, %
Пропионовая	от 0,05 до 8,00 включ.	11	21	15

* Численно равна (без учета знака) значению доверительных границ относительной погрешности измерений δ , %, для доверительной вероятности $P=0,95$.

Числовое значение результата испытаний должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности "U", рассчитанное по формуле (9), выраженное в процентах и содержащее не более двух значащих цифр если первая значащая цифра менее 3, одной значащей цифры, если она равна или более 3.

11.2 Контроль точности результатов испытаний

Расхождение между результатами двух параллельных испытаний X_1 , %, и X_2 , %, полученных в одной лаборатории в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1, должно соответствовать условию:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot \bar{X} \cdot r, \quad (10)$$

где \bar{X} – среднеарифметическое значение результатов параллельных испытаний, %;

r – значение предела повторяемости (см. таблицу 4), %.

Если это условие не соблюдается, то используют методы проверки приемлемости результатов параллельных испытаний и установления окончательного результата согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (раздел 5).

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях $X_{1\text{лаб}}$, %, и $X_{2\text{лаб}}$, %, на идентичных пробах разными операторами с использованием различных экземпляров оборудования должно соответствовать условию:

$$|X_{1\text{лаб}} - X_{2\text{лаб}}| \leq 0,01 \cdot \bar{X}_{\text{лаб}} \cdot CD_{0,95} , \quad (11)$$

где 0,01 – коэффициент пересчета;

$\bar{X}_{\text{лаб}}$ – среднеарифметическое значение результатов испытаний в двух лабораториях, %;

$CD_{0,95}$ – критическая разность (см. таблицу 4), %.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (раздел 5).

Приложение А
(справочное)

Примеры электрофореграмм

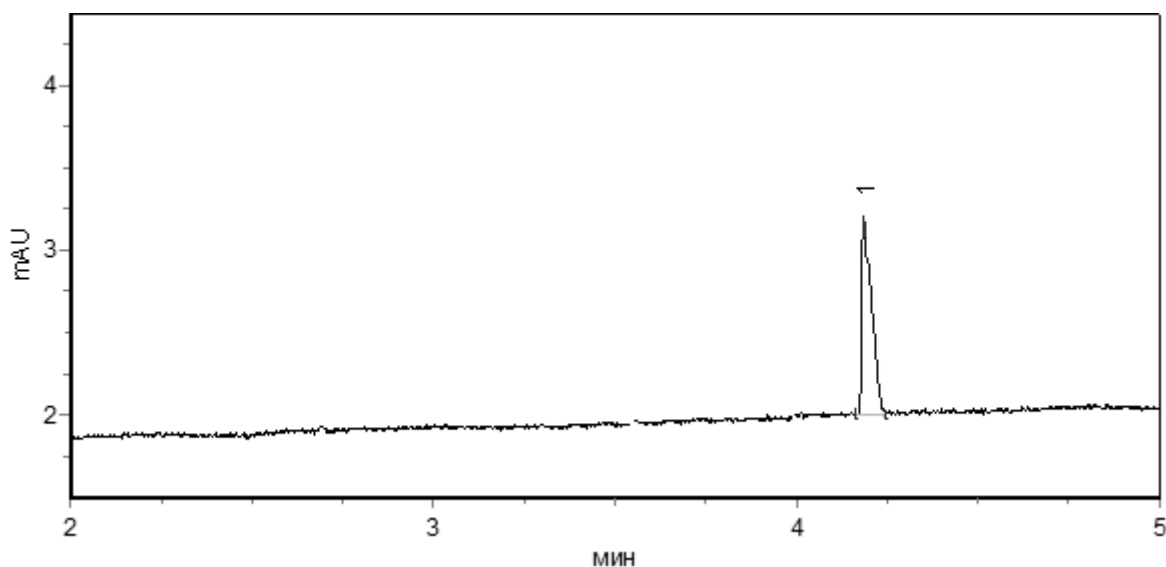


Рисунок А.1 – Электрофореграмма градуировочного раствора №1
1 – пропионовая кислота

Таблица А.1 - Условия проведения измерений

Наименование параметра	Значение параметра
Общая длина капилляра, см	50
Внутренний диаметр капилляра, мкм	50
Температура, °С	20
Длина волны, нм	190
Ввод пробы гидродинамический, мбар·с	450
Напряжение, кВ	минус 17
Фоновый электролит	раствор по 8.5.7

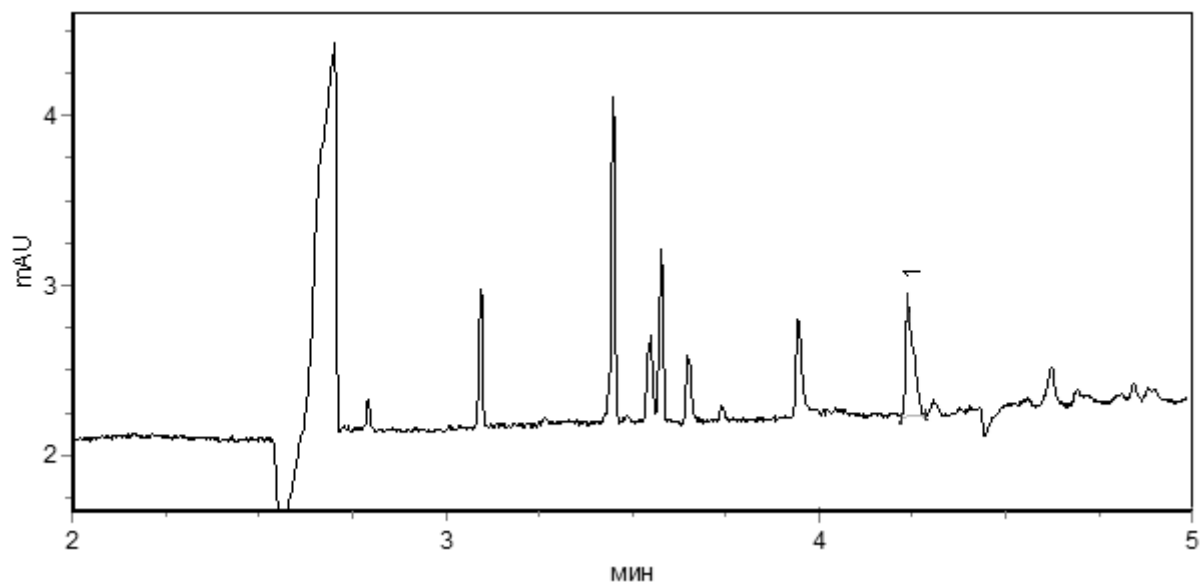


Рисунок А.2 – Электрофореграмма подготовленной пробы хлеба

Найдено, %:

1 – пропионовая кислота – 0,09 %;

Электрофореграмма подготовленной пробы получена в условиях, приведенных в таблице А.1.

Библиография

- | | |
|---|--|
| [1] Технический регламент
таможенного союза
ТР ТС 021/ 2011 | О безопасности пищевой продукции |
| [2] Технический регламент
таможенного союза
ТР ТС 022/2011 | Пищевая продукция в части ее маркировки |
| [3] Технический регламент
таможенного союза
ТР ТС 027/2012 | О безопасности отдельных видов
специализированной пищевой продукции, в том числе
диетического лечебного и диетического
профилактического питания» |
| [4] РМГ 76-2014 | Внутренний контроль качества результатов
количественного химического анализа |

УДК 664.66:006.354

ОКС 67.060

Ключевые слова: хлебобулочные изделия, метод определения массовой доли пропионовой кислоты, метод капиллярного электрофореза, кварцевый капилляр

Руководитель организации – разработчика:

Директор ФГАНУ НИИХП, к.т.н.	_____	М.Н. Костюченко
	(подпись)	

Руководитель разработки: Заместитель директора по научной работе, д.т.н.	_____	В.В. Мартиросян
	(подпись)	

Исполнители: в.н.с. Санкт-Петербургского филиала ФГАНУ НИИХП, к.т.н.	_____	М.Ю. Кукин
	(подпись)	

Руководитель направления стандартизации и технического регулирования	_____	Н.Р. Шалудина
	(подпись)	