

**Изменение № 1 ГОСТ 31644—2012 Продукция соковая. Определение 5-гидроксиметилфурфурола методом высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28.06.2016 № 49-П)**

**Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 12301**

**За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: АМ, ВУ, КГ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]**

**Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации\***

Содержание. Наименования пункта 3 и приложения А изложить в новой редакции:

«3 Сущность метода

Приложение А (справочное) Примеры хроматограмм».

Раздел 2. Исключить ссылки:

«ГОСТ ИСО 5725-2—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования»;

заменить ссылки:

«ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб» на «ГОСТ 26313—2014 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб»;

«ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов» на «ГОСТ 26671—2014 Продукты переработки фруктов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ ISO 3696—2013\*\* Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

\*\* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

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

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

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия»;

ссылку на ГОСТ ИСО 5725-1—2003 дополнить знаком сноски — \*<sup>4</sup>;

дополнить сноской:

«\*<sup>4</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002»;

ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — \*<sup>5</sup>;

дополнить сноской:

«\*<sup>5</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009».

---

\* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2017—01—01.

Раздел 3 изложить в новой редакции:

### «3 Сущность метода

Метод основан на количественном определении 5-гидроксиметилфурфурола с помощью обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) и спектрофотометрическим детектированием в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 284 нм».

Пункты 4.2 и 4.3 изложить в новой редакции:

«4.2 Спектрофотометр со значениями характеристик не ниже следующих:

спектральный рабочий диапазон — 200—800 нм;

пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале длин волн  $\pm 0,1$  нм;

пределы допускаемой воспроизводимости измерений по шкале длин волн  $\pm 0,08$  нм;

пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектрофотометра  $\pm 0,5$  %.

4.3 Колонка хроматографическая длиной 250 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная октадецилсиликагелем, размером частиц 5 мкм<sup>3</sup>, и обеспечивающая требуемую эффективность разделения»; дополнить сноской — <sup>3</sup>):

« \_\_\_\_\_

<sup>3</sup>) Например, колонка хроматографическая «BDS Hypersil C18» (250 × 4,6 мм) компании Thermo; материал — силикагель с привитыми группами C18; колонка хроматографическая «AQUASIL C18» (250 × 4,6 мм) компании Thermo; материал — силикагель с привитыми группами C18. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других хроматографических колонок».

Пункт 4.5. Заменить слова: «Весы лабораторные по ГОСТ 24104» на «Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1».

Пункт 4.18 исключить.

Пункты 4.19 и 4.21 изложить в новой редакции:

«4.19 Вода для лабораторного анализа 1-й степени чистоты по ГОСТ ISO 3696.

4.21 Калий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат) (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) по ГОСТ 4198, ч. д. а».

Раздел 4 дополнить пунктами (после 4.25) 4.26 и 4.27:

«4.26 Кислота ортофосфорная с массовой долей основного вещества не менее 98 % по ГОСТ 6552, ч. д. а.

4.27 Иономер (рН-метр) с погрешностью измерения  $\pm 0,05$  ед. рН».

Подраздел 6.1 изложить в новой редакции:

## «6.1 Приготовление подвижных фаз (элюентов) для жидкостной хроматографии

### 6.1.1 Подвижная фаза А

В мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см<sup>3</sup> последовательно смешивают 840 см<sup>3</sup> воды для лабораторного анализа 1-й степени чистоты по ГОСТ ISO 3696, 150 см<sup>3</sup> ацетонитрила (см. 4.20) и 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты особой чистоты по ГОСТ 18270. Раствор переносят в емкость для элюента (см. 4.16) с завинчивающейся крышкой и перемешивают. Полученный раствор дегазируют на установке для дегазации элюента (см. 4.16) под вакуумом в течение 15 мин с одновременной фильтрацией через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

Срок хранения раствора при условии визуального отсутствия нерастворимых веществ при комнатной температуре без воздействия света — одна неделя.

### 6.1.2 Подвижная фаза Б

6.1.2.1 Приготовление раствора дигидрофосфата калия (рН=3,0) молярной концентрации 50 ммоль/дм<sup>3</sup>

6,8 г дигидрофосфата калия взвешивают в стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup> с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в приблизительно 80 см<sup>3</sup> воды для лабораторного анализа, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят водой для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 до метки и перемешивают. Раствор переносят в мерный стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят рН до значения 3,0 ед. рН фосфорной кислотой, регистрируя показания иономером. Полученный раствор дегазируют на установке для дегазации элюента (см. 4.16) под вакуумом в течение 15 мин с одновременной фильтрацией через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

6.1.2.2 Приготовление подвижной фазы (элюента)

В мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup> приливают 950 см<sup>3</sup> раствора дигидрофосфата калия (рН = 3), приготовленного по 6.1.2, 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила (см. 4.20) и перемешивают. Полученный раствор дегазируют на установке для дегазации элюента (см. 4.16) под вакуумом в течение 15 мин с одновременной фильтрацией через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

Срок хранения раствора при условии визуального отсутствия нерастворимых веществ, при комнатной температуре без воздействия света — 5 сут.

**П р и м е ч а н и е** — Подвижную фазу Б используют в случае, если подвижная фаза А не обеспечивает необходимую степень разделения пиков ГМФ и патулина на хроматограмме (коэффициент разрешения для хроматографических пиков  $R_s \geq 1,0$ ).

Пункт 6.2.3. Заменить слова: «на лабораторных весах по ГОСТ 24104» на «на весах с пределом допускаемой абсолютной погрешности + 0,2 мг».

Пункт 7.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Элюент: подвижная фаза А по 6.1.1 или Б по 6.1.2».

Подраздел 7.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Измерения проводят не менее двух раз в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14)»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Примеры хроматограмм раствора 5-гидроксиметилфурфуrolа приведены в приложении А».

Раздел 8. Первый абзац. Исключить слова: «Вычисления массовой концентрации или массовой доли проводят до третьего десятичного знака»;

шестой абзац. Исключить слова: «округленное до второго десятичного знака»;

дополнить абзацем после шестого:

«Расхождение между двумя результатами измерений, полученными в двух лабораториях при соблюдении условий воспроизводимости [ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.18)] относительно их среднеарифметического значения не должно превышать предела воспроизводимости  $R_{отн}$  (см. таблицу 2). При превышении предела воспроизводимости выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.3, 5.3.4)»;

таблицу 2 изложить в новой редакции:

«Т а б л и ц а 2 — Основные метрологические характеристики

Наименование показателя	Значение показателя при диапазонах измерений массовой концентрации (массовой доли), мг/дм <sup>3</sup> (млн <sup>-1</sup> )	
	От 1,0 до 10 включ.	Св. 10 до 50 включ.
Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) $r_{отн}$ , %, при $n = 2$	13	2
Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости) $R_{отн}$ , %, при $m = 2$	20	6
Показатель точности (границы относительной погрешности при $P = 0,95$ ) $\pm \delta$ , %	15	5
Предел обнаружения метода, мг/дм <sup>3</sup> (млн <sup>-1</sup> )	0,1	

формулу (8) изложить в новой редакции:

$$\langle X_{cp} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (8) \rangle;$$

дополнить абзацем:

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

Приложение А изложить в новой редакции:

### «Приложение А (справочное) Примеры хроматограмм

А.1 Примеры хроматограмм приведены на рисунках А.1 — А.4.

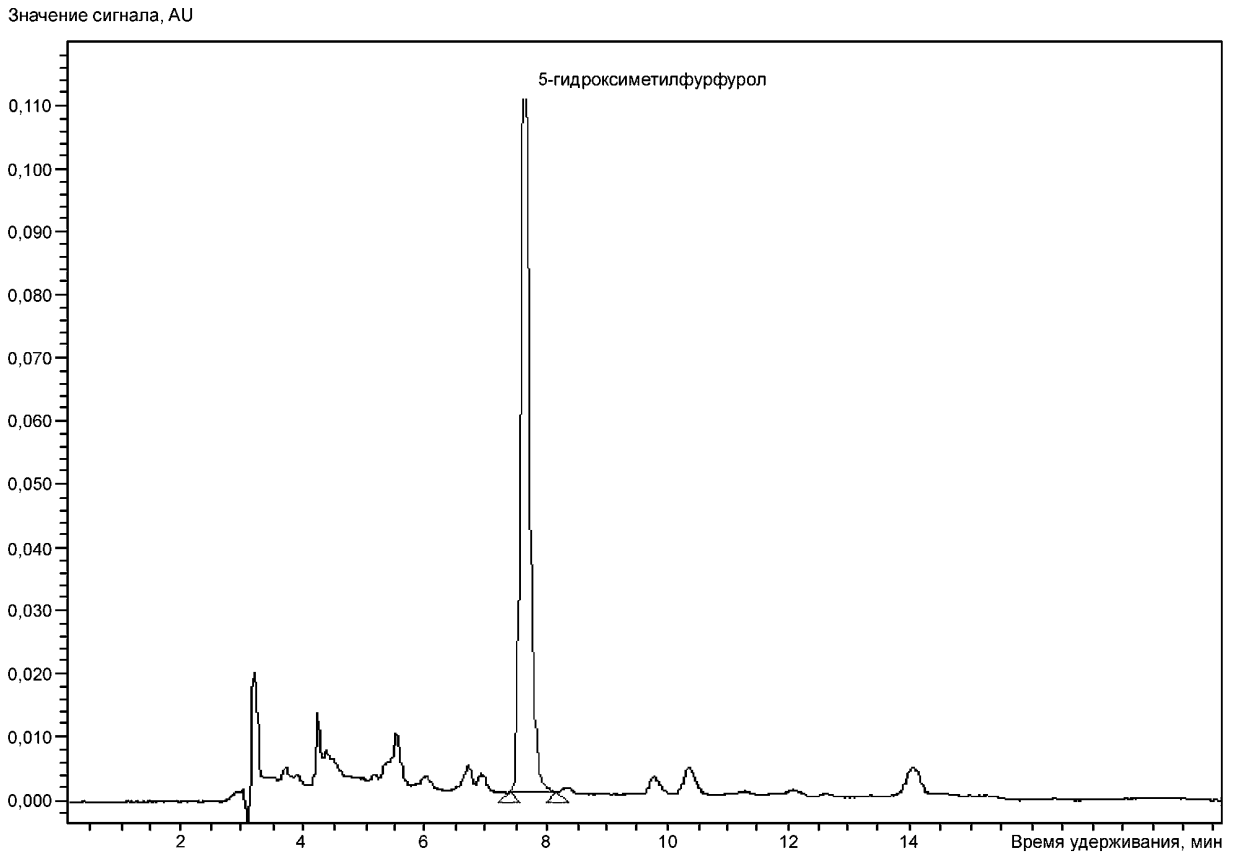


Рисунок А.1 — Хроматограмма концентрированного яблочного сока с концентрацией 5-гидроксиметилфурфуrolа 28,0 мг/дм<sup>3</sup> (подвижная фаза А)

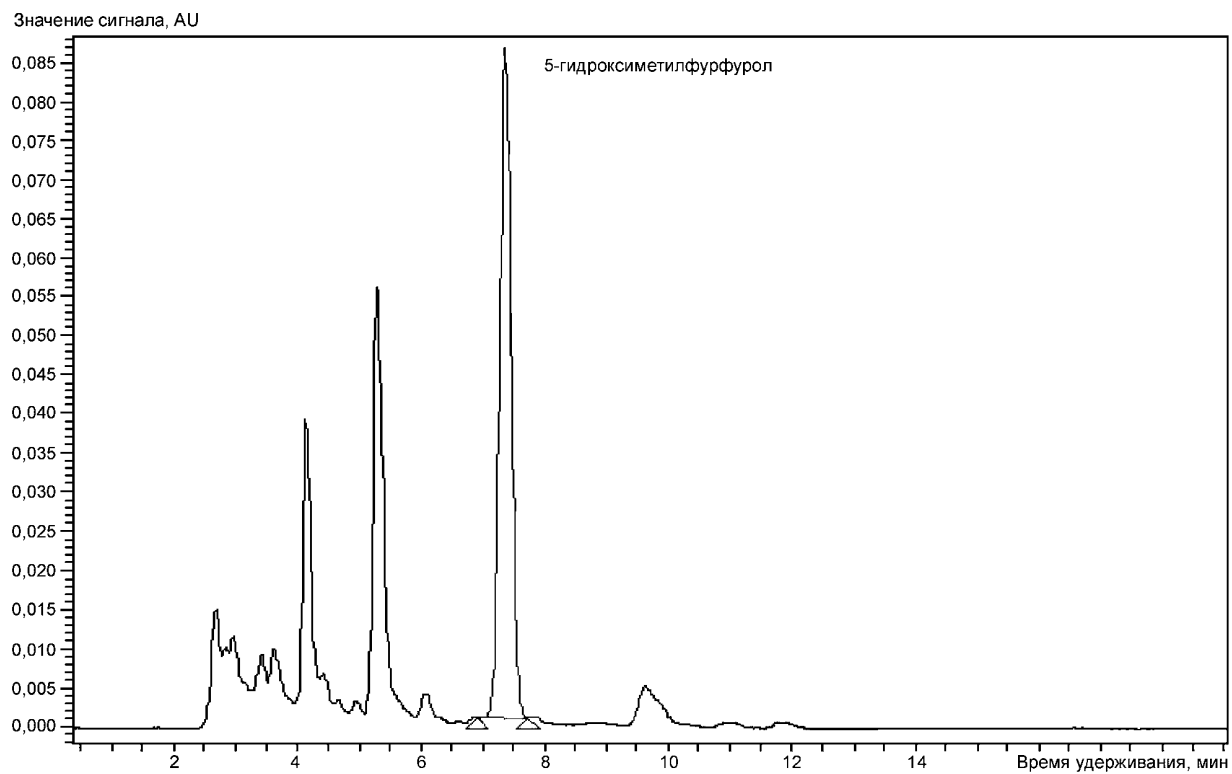


Рисунок А.2 — Хроматограмма концентрированного яблочного сока с концентрацией 5-гидроксиметилфурфуrolа 28,0 мг/дм<sup>3</sup> (подвижная фаза Б)

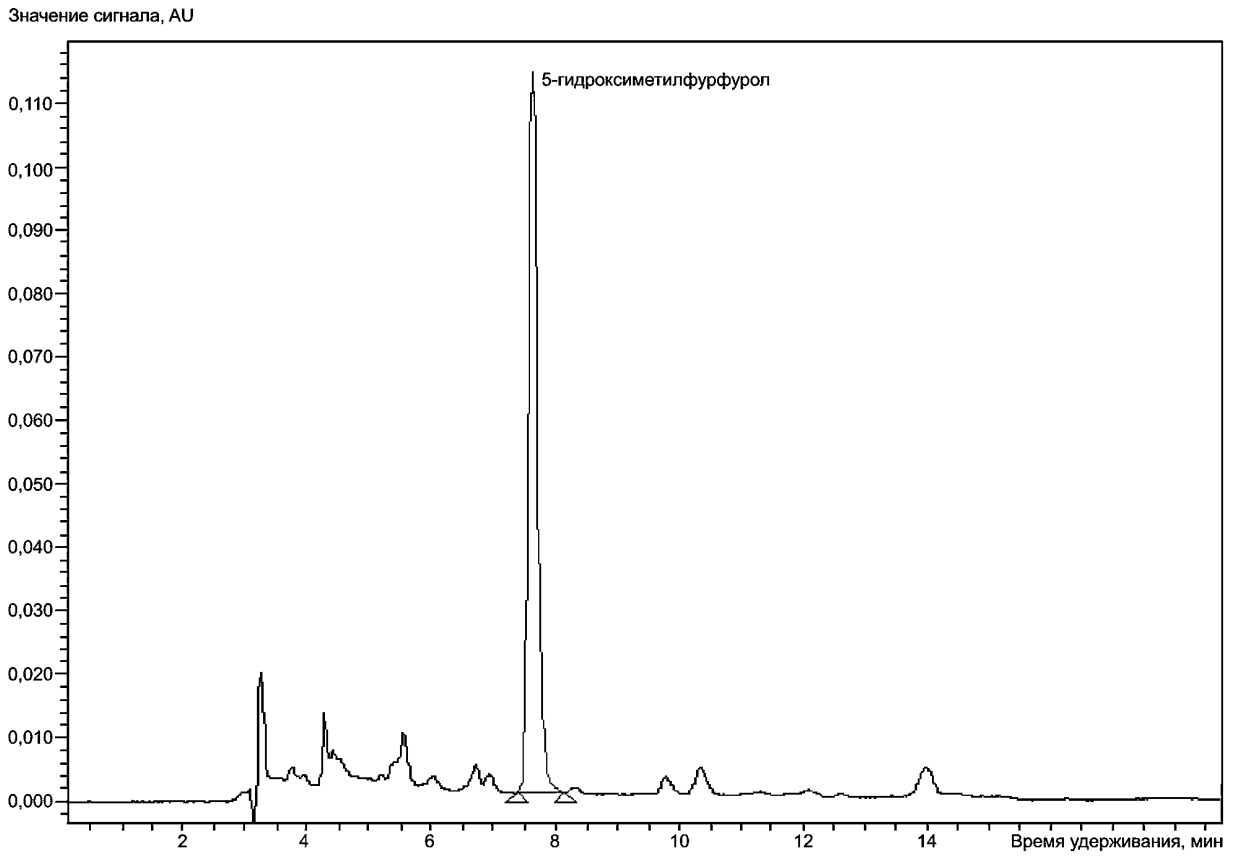


Рисунок А.3 — Хроматограмма концентрированного сока манго с концентрацией 5-гидроксиметилфурфуrolа 60,9 мг/дм<sup>3</sup> (подвижная фаза Б)

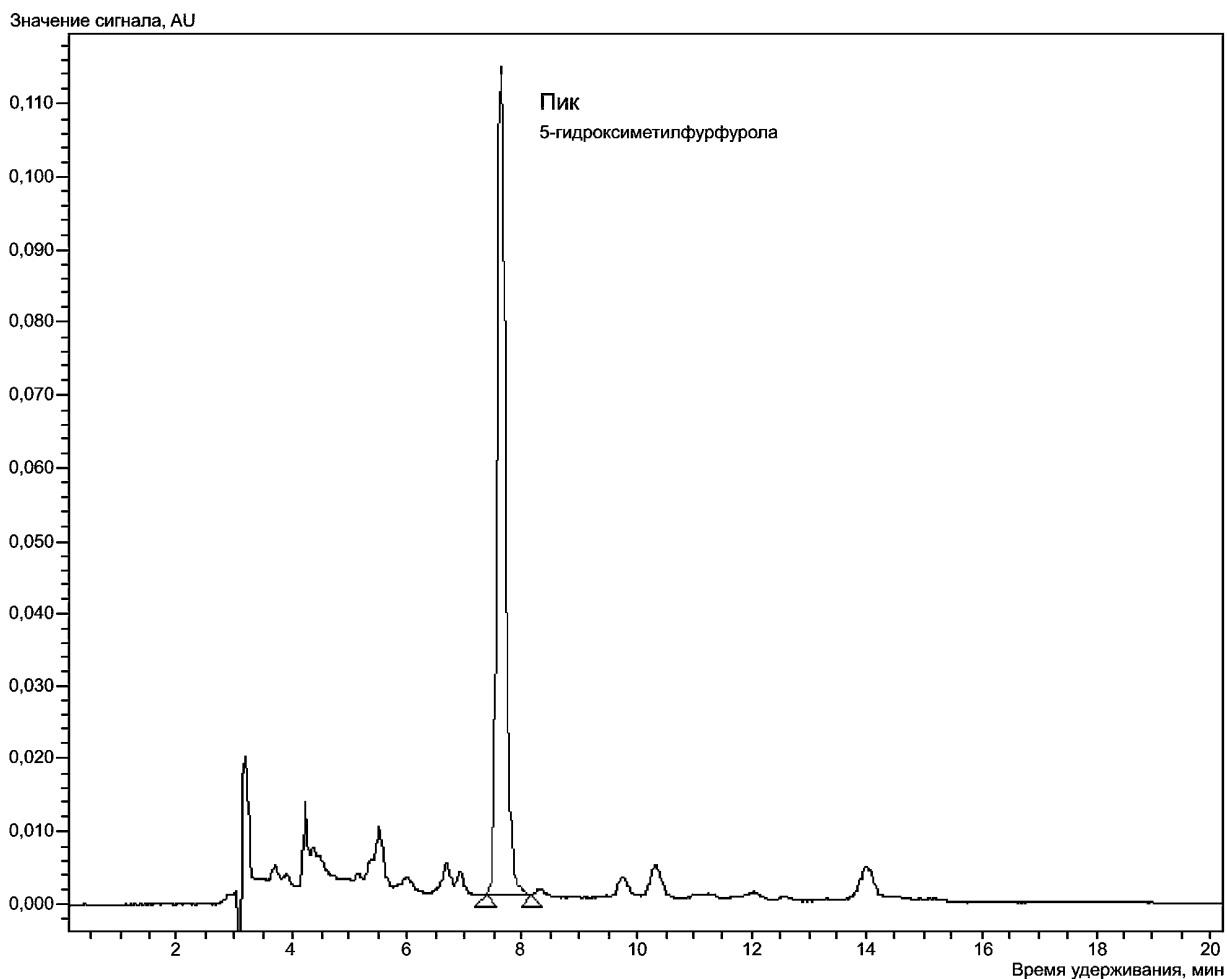


Рисунок А.4 — Хроматограмма концентрированного сока из белого винограда с концентрацией 5-гидроксиметилфурфуrola 70,7 мг/дм<sup>3</sup> (подвижная фаза Б).

Элемент «Библиография» исключить.

(ИУС № 12 2016 г.)