
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52995—
2008
(ИСО 17129:2006)

МОЛОКО СУХОЕ

Определение содержания соевого
и горохового белков с использованием
капиллярного электрофореза в присутствии
додецил сульфата (SDS-CE)
Метод разделения

ISO 17129:2006

Milk powder — Determination of soy and pea proteins using capillary
electrophoresis in the presence of sodium dodecyl sulfate (SDS-CE) —
Screening method
(MOD)

Издание официальное

БЗ 8—2008/217



Москва
Стандартинформ
2009

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. №184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе аутентичного перевода международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 ноября 2008 г. № 288-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту 17129:2006 «Молоко сухое. Определение содержания соевого и горохового белка с помощью капиллярного электрофореза в присутствии додецил сульфата (SDS-CE). Метод разделения» (ISO 17129:2006 «Milk powder — Determination of soy and pea proteins using capillary electrophoresis in the presence of sodium dodecyl sulfate (SDS-CE) — Screening method»). При этом дополнительные слова, фразы, абзацы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартиформ, 2009

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 | 1 |
| 2 <i>Нормативные ссылки</i> | 1 |
| 3 Термины и определения | 1 |
| 4 <i>Сущность метода</i> | 2 |
| 5 Реактивы | 2 |
| 6 Аппаратура | 2 |
| 7 Отбор проб | 3 |
| 8 Приготовление к <i>испытанию</i> | 3 |
| 9 Методика <i>испытания</i> | 3 |
| 10 Расчет и обработка результатов | 5 |
| 11 Сходимость | 5 |
| 12 Протокол испытания | 6 |
| Приложение А (справочное) Примеры электроферограмм | 7 |
| Приложение В (справочное) Межлабораторные испытания | 9 |
| Библиография | 11 |

МОЛОКО СУХОЕ

Определение содержания соевого и горохового белков с использованием капиллярного электрофореза в присутствии додецил сульфата (SDS-CE). Метод разделения

Milk powder. Determination of soy and pea proteins using capillary electrophoresis in the presence of sodium dodecyl sulfate (SDS-CE). Screening method

Дата введения —2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *устанавливает* метод определения соевых и гороховых белковых изолятов в сухом молоке низкотемпературной сушки с помощью капиллярного электрофореза в присутствии додецил сульфата натрия (SDS-CE).

Этот метод не подходит для обнаружения гидролизованных растительных белков в сухом молоке.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 соевые и гороховые белки: Массовая фракция соевых и гороховых белков определена по методике, установленной в *настоящем* стандарте.

4 Сущность метода

Молочные белки, присутствующие в испытуемой пробе, выборочно удаляют с применением тетраборатного буфера EDTA для обнаружения малых количеств добавленного растительного белка. В присутствии додецил сульфата натрия добавляют буфер три-НСI и восстанавливают для растворения осадка, чтобы диссоциировать белки и разрушить любые белковые агрегаты, образованные связями S-S. Белки разделяются и определяются капиллярным электрофорезом. Число растительных белков определяют количественно по предшествующей калибровке.

5 Реактивы

Если не установлено иначе, то применяют реактивы только признанного аналитического качества и воду двойной дистилляции или деминерализованную либо воду эквивалентной чистоты.

5.1 Экстрагирующий буфер

Растворяют 1,14 г десятиводного тетрабората натрия ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) и 1,49 г дигидрата натриевой соли этилен-диаминтетрауксусной кислоты (EDTA; $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) в мерном цилиндре (см. 5.1) в 80 см³ воды. Разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Проверяют, равен ли pH экстрагирующего буфера раствора $8,3 \pm 0,1$. Если конечное значение pH выходит за этот интервал, повторяют приготовление экстрагирующего буфера, при этом заменяют все реактивы. Корректировка pH с помощью химических реактивов не допускается.

5.2 Буфер для образца

Растворяют 606 мг три(гидроксиметил)аминометана ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_3$), 1,00 г соли додецилсульфата натрия (SDS; $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}_4\text{SNa}$) и 37 мг EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) в мерном цилиндре в 80 см³ воды и перемешивают. Добавляют 14,7 см³ соляной кислоты, имеющей концентрацию $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ и 2 см³ 2-меркаптоэтанола. Разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Проверяют, равен ли pH буфера для образца $8,7 \pm 0,1$. Если конечное значение pH выходит за этот интервал, повторяют приготовление экстрагирующего буфера, при этом заменяют все реактивы. Корректировка pH с помощью химических реактивов не допускается.

5.3 Электрофорезный буфер, например Beckman eCAP™ SDS 14-200 гелевый буфер или эквивалентный.

5.4 Раствор гидроокиси натрия (едкого натра), $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³.

5.5 Эталонная смесь для испытания, содержащая белки, имеющие молекулярную массу от 10 до 200.

Примечание — В качестве эталонной смеси можно использовать смесь, имеющуюся в продаже.

5.6 Эталонный образец для калибровки с известным процентным содержанием растительного белка, которое поставляется NIZO (Ede, NL). Белковый состав калибрующего образца должен быть также известен.

6 Аппаратура

6.1 Градуированный мерный цилиндр вместимостью до 100 см³.

6.2 Пипетка Пастера.

6.3 Микрососуд с завинчивающейся крышкой вместимостью 1,5 см³.

6.4 Лабораторные весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

6.5 Центрифуга, имеющая вращение с радиальным ускорением до 6500 g.

6.6 Измеритель pH, имеющий минимальную чувствительность 0,1 единицы pH, а также стеклянный электрод и соответствующий эталонный электрод с температурной компенсацией.

6.7 Вихревая мешалка (вортекс).

6.8 Термомиксер, Eppendorf 5436 или аналогичный прибор.

6.9 Прибор капиллярного электрофореза с линейным градиентом напряжения.

6.9.1 Колонка, капилляр с гидрофильным покрытием из кварцевого стекла, рабочая длина которого составляет около 20 см (от инжектора до детектора), имеющий внутренний диаметр 75 мкм.

6.9.2 UV детектор, способный проводить измерения приблизительно на 214 нм.

6.9.3 Программа, имеющая способность высчитать контрольное значение из серии опытов на образцах.

6.10 Система данных, выдающая необходимую информацию.

7 Отбор проб

В лабораторию *должна быть доставлена* представительная проба. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортирования и хранения.

Отбор пробы рекомендуется проводить по ГОСТ 26809 и [1].

8 Приготовление к испытанию

8.1 Содержание белка образца для испытания

Общее содержание белка для испытания определяют, используя методы, установленные в [2] и [3].

8.2 Приготовление пробы для испытания

Если содержание белка в *пробе* для испытания от 30 % до 40 % от массовой фракции, то взвешивают 126 мг испытуемой *пробы* с точностью до 0,1 мг в микрососуде с завинчивающейся крышкой. Если содержание белка испытуемого образца выходит за пределы этого интервала, пропорционально меняют массу образца.

В *пробе* для испытания в микрососуде добавляют 1 см³ экстрагирующего буфера. Смешивают полученный раствор в вихревой мешалке со скоростью 2500 об/мин в течение 1,5 мин. Дают выстояться в течение 5 мин, а затем перемешивают раствор снова в течение 1,5 мин. Центрифугируют смесь при 6500 г в течение 30 мин. С помощью пипетки Пастера осторожно удаляют надосадочную жидкость с осадка.

Промывают осадок с помощью 1 см³ экстрагирующего буфера. Центрифугируют промытый осадок при 6500 г в течение 20 мин. С помощью пипетки Пастера осторожно удаляют надосадочную жидкость. Еще раз промывают оставшийся осадок по той же методике.

К промытому осадку в микрососуде добавляют 250 см³ буфера для образца. Закрывают сосуд и нагревают его при температуре 95 °С в течение 10 мин, перемешивая при этом термомиксером, который установлен приблизительно на 1000 об/мин. Охлаждают сосуд в холодной (ледяной) воде или на льду.

После охлаждения снова центрифугируют сосуд с его содержимым при 3000 г в течение 5 мин. Переносят около 200 см³ чистой надосадочной жидкости в соответствующий сосуд для впрыскивания, чтобы использовать в качестве испытуемого раствора.

После нагревания образец в микрососуде может также сохраняться в морозилке.

Вышеуказанный этап центрифугирования можно пропустить, если содержимое сосуда прозрачно уже визуально.

9 Методика испытания

9.1 Условия функционирования

9.1.1 Рабочие условия для капиллярного электрофореза (СЕ)

Капиллярную колонку (см. 5.9.1) сохраняют только для выполнения данной лабораторной процедуры. Новую колонку промывают водой. Перед каждой серией анализов использованный капилляр промывают раствором едкого натра в течение 0,5 мин, а затем промывают электрофорезным буфером в течение 0,5 мин.

Перед каждым разделением вновь промывают колонку, предпочтительно в обратном направлении, электрофорезным буфером при 241325 Па в течение 1 мин.

Миграции происходят при температуре 25 °С. Начинают электрофорез, когда прибор капиллярного электрофореза установлен на напряжение 2 кВ, затем следует линейный градиент напряжения от 2 до 7 кВ за 1,7 мин. Напряжение остается постоянным, равным 7 кВ, до истечения периода общего времени электрофореза 16 мин. Ток должен быть около 20 мкА, а прибор должен быть заземлен со стороны инжектора. Настраивают детектор на 14 нм, сбор данных при 2 Гц и время нарастания 0,5 с.

На основании характеристик прибора операторам следует адаптировать условия его функционирования для получения сравнимого качественного разделения.

9.1.2 Впрыскивание

Испытуемый раствор впрыскивают под давлением 3447,5 Па в течение 60 с. Затем погружают капилляр стороной впрыскивания в сосуд с водой на 6 с, а затем впрыскивают электрофорезный буфер из электрофорезного сосуда под давлением 3447,5 Па в течение 5 с. После этого этапа проводят миграцию.

Не разрешается использовать капилляр с буферами других типов. После использования капилляр промывают водой. Оба конца капилляра хранят в воде. В зависимости от разностей в давлении прибора меняют соответственно время промывки и время впрыскивания.

9.2 Пригодность тестирующего прибора

Три раза впрыскивают эталонную смесь для испытания. Проверяют согласованность времени миграции и площади пика белков из испытуемой смеси. Полученная разность должна быть менее 5 % (относительная).

Новый капилляр может адсорбировать белки, что ведет к увеличению площадей пиков при повторных впрыскиваниях одного и того же образца испытания. Чтобы избежать этого, быстро смывают капилляр эталонным образцом в обычном направлении в течение 6 с. Затем промывают электрофорезным буфером в том же направлении.

Примечание — Отклонения электроферограмм могут быть вызваны:

- капилляром (включая плохо отрезанное отверстие капилляра);
- недостаточной температурной стабильностью капилляра (низким уровнем охлаждающей жидкости);
- повреждением дейтериевой лампы;
- другими неисправностями прибора.

9.3 Качественный анализ

9.3.1 Анализ раствора для испытания (см. 7.2) проводят при условиях функционирования (см. 8.1).

9.3.2 Идентификация пика

Идентификацию полученных пиков испытуемого образца проводят путем сравнения этих пиков с электроферограммами, которые показаны на рисунках А.1 — А.3. Эти электроферограммы показывают конфигурации пиков натурального сепарированного сухого молока и образцов, подмешанных соей и горохом в указанном порядке.

9.4 Количественный анализ

9.4.1 Анализ раствора для испытания контрольного образца (см. 8.4.2) и эталонных калибрующих образцов проводят при условиях функционирования (см. 8.1).

9.4.2 Контрольный образец

Впрыскивают буфер для образца под давлением 3447,5 Па на 50 с. Полученная основная линия должна быть относительно плоской.

9.4.3 Измерения

Для измерения используют следующую последовательность:

- a) эталонные образцы для калибровки (см. 4.6);
- b) контрольный образец (см. 8.4.2);
- c) растворы для испытания (см. 7.2);
- d) контрольный образец (см. 8.4.2);
- e) эталонные образцы для калибровки (см. 4.6).

Повторяют последовательность в случае, когда число образцов для испытания составляет от 10 до 15.

9.4.4 Идентификация пика

Проводят идентификацию полученных пиков испытуемого образца, как описано в 8.3.2. Электроферограммы на рисунках А.1 — А.3 показывают конфигурации пиков натурального сепарированного сухого молока и соевого и горохового белков в указанном порядке.

9.4.5 Интегрирование площадей пиков

Параметры интегрирования регулируют так, чтобы интегрирование было сравнимо с тем, что показано на рисунке А.2 или А.3 (базовую линию чертят от впадины до впадины). Не группируют несколько пиков в один, поскольку это вызывает неточность при расчете общей площади пиков.

Нормализованную площадь пика A_{ni} для каждого пика белка (i) рассчитывают по формуле

$$A_{ni} = A_i / t_i, \quad (1)$$

где A_i — площадь пика протеина i ;

t_i — время миграции пика i , мин.

Для белков гороха используют сумму нормализованных площадей пиков, рассчитанных раздельно.

Примечание — Современная программа сбора данных имеет возможность проводить стандартный расчет нормализованных площадей пиков.

9.4.6 Калибровка

9.4.6.1 Эталонный образец для калибровки

Желательно использовать два эталонных образца для калибровки с известным процентным содержанием растительного белка в заданном диапазоне измерения. Эталонные образцы измеряют, как описано в 8.4.3. Рассчитывают их площади пиков по формуле (1).

9.4.6.2 Расчет факторов чувствительности (реакции на воздействие)

Фактор чувствительности R_{fi} для каждого калибрующего средства (i) в эталонных образцах рассчитывают по формуле

$$R = P_c / A_{ci}, \quad (2)$$

где P_c — массовая фракция растительного белка в общем протеине калибрующего средства, % (см. 7.1);

A_{ci} — нормализованная площадь пика эталонного калибрующего средства (см. 8.4.5).

Если факторы чувствительности, полученные для калибрующих средств R_{fi} отличаются менее чем на 5 %, используют рассчитанный средний фактор чувствительности R_f . В противном случае рассчитывают константы линейной регрессии для R_{fi} .

10 Расчет и обработка результатов

10.1 Качественный анализ

Образец классифицируют как «сомнительный», если электроферограмма образца для испытания (см. раздел 7) показывает пики, отличающиеся от пиков образца натурального молока, как показано на рисунке А.1.

Электрорезная конфигурация с пиками, идентифицированными, как показано на рисунках А.2 и А.3, означает наличие изолятов сои или гороха на основании уникальности характеристик пиков при описанных аналитических условиях.

Электрорезная конфигурация «сомнительных» образцов подвергается процедуре количественного анализа, проведенной в 9.2.

10.2 Количественный анализ

10.2.1 Расчет

Массовую фракцию подмешивания растительного белка P_S рассчитывают как процентное содержание от общего протеина в образце для испытания по формуле

$$P_S = R_f \cdot A_{nsi}, \quad (3)$$

где R_f — средний фактор чувствительности по формуле (2);

A_{nsi} — нормализованная площадь пика образца по формуле (1).

Если используют уравнение регрессии по формуле (2), то в уравнении заменяют A_{nsi} и R_f и рассчитывают P_S .

10.2.2 Обработка результатов испытания

Результаты испытания обрабатывают с точностью до двух десятичных знаков после запятой.

11 Сходимость

Прецизионность метода и результатов измерений рассчитывают по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

11.1 Межлабораторные испытания

Подробные детали межлабораторного испытания по сходимости метода представлены в приложении В. Значения, выведенные из этого испытания, не применяются в ином диапазоне, чем приведенные в данном приложении.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми однозначными результатами испытания, полученными одним и тем же методом на одном и том же материале в одной и той же лаборатории одним и

тем же оператором, на одном и том же оборудовании в течение короткого интервала времени, не более чем в 5 % случаев будет более чем

- уровень содержания белка 0,99 %: $r = 0,37$ %;
- уровень содержания белка 1,96 %: $r = 0,98$ %;
- уровень содержания белка 4,76 %: $r = 1,48$ %.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя однозначными результатами испытания, полученными одним и тем же методом на одном и том же материале в разных лабораториях разными операторами, на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев будет превышать

- уровень содержания белка 0,99 %: $R = 1,29$ %;
- уровень содержания белка 1,96 %: $R = 1,88$ %;
- уровень содержания белка 4,76 %: $R = 3,58$ %.

12 Протокол испытания

В протоколе испытания должны быть указаны:

- a) вся необходимая информация для полной идентификации;
- b) использованный метод отбора образцов, если известен;
- c) использованный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- d) все подробные рабочие детали, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также подробности любых инцидентов, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- e) полученный(е) результат(ы) испытания и, если проверялась повторяемость, то полученный объявленный результат.

Приложение А
(справочное)

Примеры электроферограмм

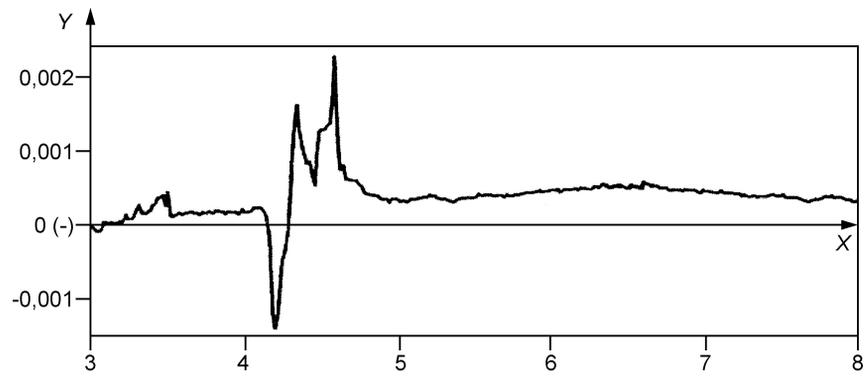
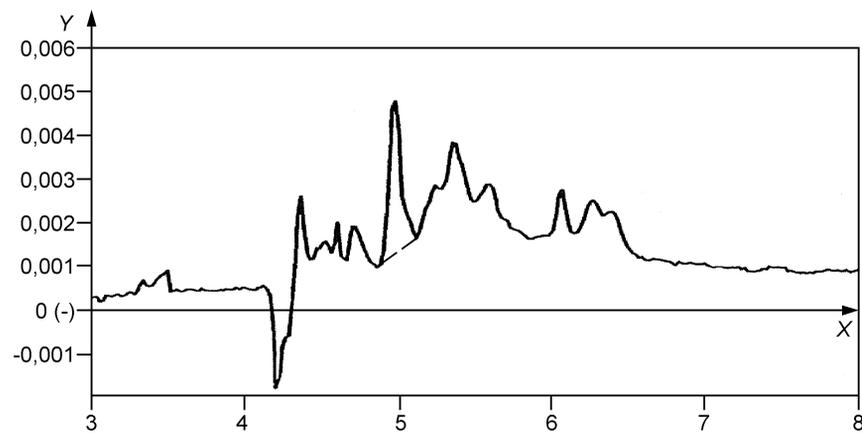


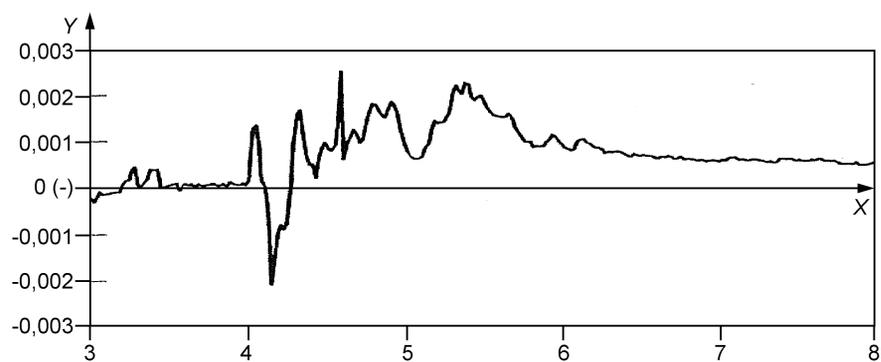
Рисунок А.1 — Электроферограмма SDS-СЕ натурального молока



X — время, мин; Y — абсорбция при 214 нм

П р и м е ч а н и е — Основная линия указывает на пики, которые должны оцениваться количественно.

Рисунок А.2 — Электроферограмма SDS-СЕ сухого молока с добавленным соевым белком



X — время, мин; Y — абсорбция при 214 нм

П р и м е ч а н и е — Основная линия указывает на пики, которые должны оцениваться количественно.

Рисунок А.3 — Электроферограмма SDS-CE сухого молока с добавленным гороховым белком

Приложение В
(справочное)

Межлабораторные испытания

Международное объединенное испытание было проведено в восьми лабораториях на двух разных образцах с тремя типами белков, добавленными в одинаковое количество низкотемпературного сухого молока. Полученные таким образом образцы для испытания были разделены снова всего на 22 слепых двойных образца. Калибровочные образцы показаны в таблице В.1. Испытание было организовано Научным институтом производства молока и молочных продуктов, Lodi, Italy. Все значения выражены в массовых фракциях. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ИСО 5725-1 [4] и ИСО 5725-2 [5], чтобы представить точные данные, показанные в таблице В.2.

Т а б л и ц а В.1 — Концентрация растительных белков в соевых и гороховых калибровочных эталонах (массовая фракция растительного белка в общем протеине)

| Массовая фракция растительного белка в общем протеине, % | |
|--|---------------------------------|
| Калибровочные эталоны по сое ^а | Калибровочные эталоны по гороху |
| 0,52 | 0,48 |
| 1,05 | 0,94 |
| 2,08 | 1,87 |
| 4,07 | 3,69 |
| 7,82 | 7,11 |

^а Содержит коммерческий соевый белковый изолят (тип А).

Т а б л и ц а В.2 — Результаты межлабораторного испытания по определению добавленных белков сои и гороха в низкотемпературное сухое молоко методом SDS-CE

| Наименование показателя | Контроль- ный образец | Белок А | | | Белок В | | | Белок С | | | |
|---|-----------------------------|---------|------|------|---------|------|------|---------|------|------|------|
| | | 0,99 | 1,96 | 4,76 | 0,99 | 1,96 | 4,76 | 0,00 | 0,99 | 1,96 | 4,76 |
| Истинные значения добав- ленных белков, % | 0,00 | 0,99 | 1,96 | 4,76 | 0,99 | 1,96 | 4,76 | 0,00 | 0,99 | 1,96 | 4,76 |
| Число лабораторий после исключения резко отличаю- щихся | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 7* | 7* | 7* |
| Среднее значение, % | 0,16 | 1,09 | 1,90 | 4,02 | 1,14 | 2,28 | 5,08 | 0,21 | 1,10 | 2,09 | 4,79 |
| Предел повторяемости r , равный $2,8 s$, % | 0,06 | 0,47 | 1,10 | 1,68 | 0,39 | 0,93 | 1,63 | 0,22 | 0,25 | 0,92 | 1,13 |
| Стандартное отклонение повторяемости s_p , % | 0,02 | 0,17 | 0,39 | 0,60 | 0,14 | 0,33 | 0,58 | 0,08 | 0,09 | 0,33 | 0,40 |
| Коэффициент колебания повторяемости, % | 14 | 15 | 21 | 15 | 12 | 15 | 12 | 38 | 8 | 16 | 9 |
| Предел воспроизводимос- ти R , равный $2,8s_R$, % | 0,44 | 1,31 | 2,16 | 3,71 | 1,26 | 1,63 | 3,48 | 0,70 | 1,30 | 1,85 | 3,56 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости s_R , % | 0,16 | 0,47 | 0,77 | 1,32 | 0,45 | 0,58 | 1,40 | 0,25 | 0,46 | 0,66 | 1,27 |
| Коэффициент колебания воспроизводимости, % | 96 | 43 | 41 | 33 | 39 | 26 | 25 | 116 | 42 | 32 | 27 |

* Значения, полученные после исключения резко отличающихся.

П р и м е ч а н и е — Белок А соответствует соевому белку типа А (коммерческий изолят соевого белка), белок В — соевому белку типа К (коммерческий изолят соевого белка), белок С — гороховому белку (коммерческий изолят горохового белка).

ГОСТ Р 52995—2008

Вероятности того, что разность истинных значений между натуральным сухим молоком и сухим молоком с 1 % подмешивания была равна нулю $[P(T \text{ и } t)]$, при 15 степенях свободы, были соответственно: $2,12 \cdot e^{-08}$ для белка А; $8,01 \cdot e^{-09}$ для белка В; и $4,17 \cdot e^{-07}$ для белка С.

Т а б л и ц а В.3 — Средние результаты для пределов повторяемости и воспроизводимости

| Наименование показателя | Истинные значения добавленных белков, % | | |
|---|---|------|------|
| | 0,99 | 1,96 | 4,76 |
| Предел повторяемости <i>r</i> | | | |
| Белок А, % | 0,47 | 1,10 | 1,68 |
| Белок В, % | 0,39 | 0,93 | 1,63 |
| Белок С, % | 0,25 | 0,92 | 1,13 |
| Средний предел повторяемости <i>r</i> , % | 0,37 | 0,98 | 1,48 |
| Предел воспроизводимости <i>R</i> | | | |
| Белок А, % | 1,31 | 2,16 | 3,71 |
| Белок В, % | 1,26 | 1,63 | 3,48 |
| Белок С, % | 1,30 | 1,85 | 3,56 |
| Средний предел воспроизводимости <i>R</i> , % | 1,29 | 1,88 | 3,58 |

Библиография

- [1] ИСО 707:1997 Молоко и молочные продукты. Руководящие указания по подбору проб
- [2] ИСО 8968/ИДФ 20 (все части) Молоко. Определение содержания азота
- [3] ИСО 14891/ИДФ 185 Молоко и молочные продукты. Определение содержания азота. Практический метод с применением сжигания в соответствии с принципом Дюмаса
- [4] ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения
- [5] ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод для определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

Ключевые слова: сухое молоко, содержание соевого и горохового белка, капиллярный электрофорез, додецил сульфат натрия, разделение

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 10.02.2009. Подписано в печать 24.02.2009. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 313 экз. Зак. 99.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.