МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32712—
2014**

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение фумаровой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-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
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2014 г. № 851-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32712—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные положения и метрологические характеристики метода Международной федерации производителей фруктовых соков (International Federation of Fruit Juice Produces) IFUMA72 (1998) Fumaric acid (HPLC) [метод ИФУ 72 (1998) «Метод определения фумаровой кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии]

6 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 54685—2011[1)]

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2014 г. № 851-ст ГОСТ Р 54685—2011 отменен с 1 января 2016 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 2
4 Отбор и подготовка проб . . . 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы . . . 2
6 Подготовка к проведению определений . . . 3
7 Проведение определений . . . 4
8 Обработка и оформление результатов определений . . . 6
9 Метрологические характеристики . . . 6
10 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории . . . 6
11 Требования, обеспечивающие безопасность . . . 7
Приложение А (справочное) Метрологические характеристики метода . . . 8
Библиография . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение фумаровой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Juice products. Determination of fumaric acid by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары, морсы и сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, соковую продукцию из фруктов и овощей обогащенную и для детского питания (далее — соковая продукция) и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для определения массовой концентрации (массовой доли) фумаровой кислоты.

Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) фумаровой кислоты — от 1 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) до 50 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 26313 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора

ГОСТ 26671 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

ГОСТ 31643—2012 Продукция соковая. Определение аскорбиновой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

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

Издание официальное

ГОСТ ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний[1)]

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения[2)]

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений[3)]

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[4)]

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий[5)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на определении фумаровой кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) при температуре окружающей среды в изократическом режиме с использованием в качестве подвижной фазы раствора серной кислоты. Идентификацию и количественный расчет пиков проводят с применением спектрофотометрического детектора в ультрафиолетовой области спектра при максимуме поглощения 210 нм.

4 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка проб — по ГОСТ 26671, ГОСТ 31643—2012 (пункт 6.2).

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

5.1 Хроматограф жидкостный со спектрофотометрическим детектором (рабочий диапазон длин волн поглощения от 200 до 600 нм) с проточной кюветой рабочим объемом не более 10 мм^3 с техническими и метрологическими характеристиками, указанными в таблице 1, хроматографической ионообменной колонкой[6)] длиной 300 мм и внутренним диаметром 7,8 мм, заполненной сорбентом на основе сшитого сополимера стирола с дивинилбензолом с привитыми сульфокислотными группами, снабженной защитной предколонкой длиной 30 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненной тем же сорбентом, и программно-аппаратным комплексом для сбора и обработки данных.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002.

[4)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

[5)] В Российской Федерации действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019.

[6)] Колонка Aminex HPX-87H обеспечивает необходимое разделение. Данная информация не является рекламой указанной колонки и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Таблица 1 — Рекомендуемые технические и метрологические характеристики для спектрофотометрического детектора

Технические характеристики			Метрологические характеристики			
			Относительное среднеквадратичное отклонение, %, не более			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по шкале длин волн, нм, не более	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений по фотометрической шкале при оптической плотности 1,0, е. о. п., не более	Пределы допускаемой воспроизводимости измерений по фотометрической шкале при оптической плотности 1,0, е. о. п., не более	по площади пика	по высоте пика	по времени удерживания	по площади пика за 8 ч непрерывной работы
± 0,2	± 0,003	± 0,0008	5,0	5,0	2,5	5,0

5.2 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания не более 150 г и пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

5.3 Посуда мерная лабораторная стеклянная:

- цилиндры 1—50—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы мерные с притертой пробкой 2—50—2, 2—500—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- пробирки стеклянные 1—10—0,1 и 1—20—0,1 по ГОСТ 1770;
- пипетки градуированные 1—2—2—1, 1—2—2—2, 1—2—2—5 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227.

5.4 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336:

- воронки лабораторные В;
- стаканы В-1—50, В-1—100 и Н-1—1000.

5.5 Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм для фильтрования подвижной фазы и проб.

5.6 Центрифуга настольная с относительным центробежным ускорением ротора не менее 1000 g, снабженная адаптерами для пробирок.

5.7 Пробирки полимерные центрифужные с завинчивающейся крышкой.

5.8 Установка лабораторная для вакуумной фильтрации жидкостей с насосом.

5.9 Флаконы стеклянные (виалы) для проб с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

5.10 Баня ультразвуковая.

5.11 Вода по ГОСТ ИСО 3696, 2-й степени чистоты.

5.12 Кислота фумаровая $H_4C_4O_4$, массовой долей основного вещества не менее 99,5 %.

5.13 Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

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

6 Подготовка к проведению определений

6.1 Подготовка хроматографа к работе

Включение и подготовку прибора к работе, вывод его на режим и выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Перед проведением определений хроматографическую систему кондиционируют подвижной фазой до установления стабильной базовой линии в соответствии с рекомендациями изготовителя.

6.2 Условия проведения определений

При подготовке к проведению и проведении определений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — 25 ± 5;
- атмосферное давление, кПа — 97 ± 10;
- относительная влажность, % — от 40 до 80;
- напряжение в питающей сети, В — 220 ± 20;
- частота тока в питающей сети, Гц — 50 ± 1.

Помещение, в котором проводят работы с реактивами, должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

6.3 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрацией 0,005 моль/дм3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят цилиндром 100—200 см^3 воды и затем осторожно добавляют 0,25 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят до метки водой, тщательно перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр.

Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 7 сут.

6.4 Приготовление градуировочных растворов

6.4.1 Приготовление основного градуировочного раствора фумаровой кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3

0,05 г фумаровой кислоты взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, на 2/3 объема наполненную водой. Содержимое колбы перемешивают, после чего доводят до метки водой и вновь тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно укупоренной емкости при температуре 4 °С — не более 6 мес.

6.4.2 Приготовление градуировочных растворов фумаровой кислоты

Из основного раствора фумаровой кислоты массовой концентрацией 100 мг/дм^3 готовят пять градуировочных растворов в диапазоне массовых концентраций фумаровой кислоты от 1,0 до 10,0 мг/дм^3.

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 с помощью пипеток вносят аликвоты по 0,5; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 основного градуировочного раствора, содержимое колб доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы фумаровой кислоты готовят непосредственно перед использованием.

7 Проведение определений

7.1 Условия хроматографических измерений

Измерения проводят при следующих рекомендуемых параметрах:

- температура термостата колонки, °С — 40 ± 5;
- объем вводимой пробы, мм^3 — 20;
- элюент — раствор серной кислоты по 6.3;
- режим элюирования — изократический;
- скорость подачи потока элюента, см^3/мин — 0,6.

Примечание — Условия проведения измерений подбирают в зависимости от типа применяемого хроматографа и хроматографической колонки в соответствии с рекомендациями изготовителя.

7.2 Построение градуировочной характеристики

Построение и расчет градуировочной характеристики проводят в соответствии с руководством пользователя программным обеспечением хроматографа.

7.2.1 Проводят измерения градуировочных растворов, приготовленных по 6.4.2, в порядке возрастания их концентраций.

Каждый градуировочный раствор измеряют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 (пункт 3.14) и ГОСТ ИСО 5725-2.

7.2.2 Регистрируют на хроматограммах время удерживания и площадь пика фумаровой кислоты и строят градуировочный график — зависимость площади пика S_i, е. о. п · с, от массовой концентрации фумаровой кислоты в градуировочном растворе $C_{гр,i}$, мг/дм^3, в виде уравнения прямой

$$C_{гр,i} = k_{гр} S_i, \quad (1)$$

где $k_{гр}$ — градуировочный коэффициент (коэффициент отклика), мг/дм^3 · (е. о. п · с)$^{-1}$, вычисляемый по результатам измерений градуировочных растворов с помощью программного обеспечения

хроматографа или вручную по методу наименьших квадратов, полагая свободный член в уравнении регрессии равным нулю, по формуле

$$k_{гр} = \frac{\sum_{i=1}^{m} (S_i \cdot C_{гр,i})}{\sum_{i=1}^{m} S_i^2}, \quad (2)$$

где S_i — площадь пика фумаровой кислоты при измерении i-го градуировочного раствора, е. о. п · с;

$C_{гр,i}$ — массовая концентрация фумаровой кислоты в i-ом градуировочном растворе, мг/дм^3;

i — индекс переменой;

m — количество пар точек.

Градуировочную характеристику, вычисленную методом наименьших квадратов, считают линейной и приемлемой, если значение квадрата коэффициента корреляции составляет не менее 0,990.

Градуировочную характеристику строят заново в случае замены оборудования, колонок, партий реактивов, условий хроматографического определения или при выявлении несоответствия метрологическим требованиям результатов оперативного контроля или внутреннего аудита, но не реже одного раза в неделю.

7.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы. В качестве контрольного образца используют раствор фумаровой кислоты в подвижной фазе массовой концентрацией 5,0 мг/дм^3, приготовленный в соответствии с 6.4.2. Проводят два параллельных измерения контрольного образца и идентифицируют пик фумаровой кислоты по времени удерживания. По результатам каждого измерения вычисляют массовую концентрацию фумаровой кислоты в контрольном образце по формуле (1).

Проверяют повторяемость значений массовой концентрации фумаровой кислоты при измерении контрольного образца по формуле

$$\left| C_{к,1} - C_{к,2} \right| \le 0{,}05 \cdot \overline{C}_к, \quad (3)$$

где $C_{к,1}$ и $C_{к,2}$ — массовые концентрации фумаровой кислоты в контрольном образце, полученные в первом и втором измерении, мг/дм^3;

$\overline{C}_к$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений $C_{к,1}$ и $C_{к,2}$, мг/дм^3.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется условие

$$\left| \overline{C}_к - C \right| \le 0{,}10 \cdot C, \quad (4)$$

где C — фактическая массовая концентрация фумаровой кислоты в контрольном образце, мг/дм^3.

Если условие (4) не выполняется, то процедуру контроля повторяют и при получении неудовлетворительного результата контроля градуировку хроматографа проводят заново.

7.4 Измерение проб

7.4.1 В инжектор хроматографа микрошприцем вводят 20 мм^3 пробы, подготовленной по разделу 4, и проводят измерения два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14) и ГОСТ ИСО 5725-2.

Определяют и регистрируют на хроматограмме время удерживания пика фумаровой кислоты, соответствующее времени удерживания, найденного при измерении градуировочных растворов по 7.2.1, и вычисляют среднее значение площади пиков.

7.4.2 Массовая концентрация фумаровой кислоты в пробе должна находиться в диапазоне градуировочной характеристики.

Если массовая доля фумаровой кислоты в пробе настолько максимальна, что высота соответствующего пика выходит за верхний диапазон градуировочной характеристики, то пробу разбавляют в мерной колбе подходящей вместимости и измерение повторяют.

8 Обработка и оформление результатов определений

Обработку хроматограмм проводят методом абсолютной градуировки с использованием программного обеспечения хроматографа.

8.1 Массовую концентрацию фумаровой кислоты в соковой продукции C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{S \cdot k_{гр} \cdot V_1}{V_2}, \quad (5)$$

где S — площадь пика фумаровой кислоты на хроматограмме раствора пробы, е. о. п · с;

$k_{гр}$ — градуировочный коэффициент, мг/дм^3 · (е. о. п · с)$^{-1}$;

V_1 — вместимость мерной колбы, взятой для разбавления (см. 7.5.2), см^3;

V_2 — объем аликвоты пробы соковой продукции, подготовленной по разделу 4, см^3.

8.2 Для концентрированной соковой продукции результат определения выражают в виде массовой доли фумаровой кислоты X, млн$^{-1}$, которую вычисляют по формуле

$$X = \frac{S \cdot k_{гр} \cdot m_2}{m_1}, \quad (6)$$

где S — площадь пика фумаровой кислоты на хроматограмме раствора пробы, е. о. п · с;

$k_{гр}$ — градуировочный коэффициент, млн$^{-1}$ · (е. о. п · с)$^{-1}$;

m_1 — масса пробы концентрированной соковой продукции после разбавления, г;

m_2 — масса пробы концентрированной соковой продукции, г.

Вычисления проводят с точностью до третьего десятичного знака. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

Расхождение результатов между двумя параллельными определениями, выполненными в условиях повторяемости, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, приведенного в таблице А.1, при вероятности $P = 0,95$.

При соблюдении этого условия за окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

Результаты определений в документах, предусматривающих их использование, представляют согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025 с указанием метода определения и настоящего стандарта в виде

$$\overline{C} \pm \Delta \text{ или } \overline{X} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где $\overline{C}$, $\overline{X}$ — среднеарифметические значения результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$\pm \Delta$ — показатель точности результатов измерений, мг/дм^3 (млн$^{-1}$), приведенный в таблице А.1 приложения А.

Числовое значение результата определения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности. Значение границы абсолютной погрешности приводят с двумя значащими цифрами.

В случае если полученный результат определения менее нижней границы диапазона измерений, приводят следующую запись: «Массовая концентрация (массовая доля) фумаровой кислоты менее 1 мг/дм^3 (млн$^{-1}$)».

9 Метрологические характеристики

Значения метрологических характеристик метода, указанные в таблице А.1 приложения А, приведены для конкретных видов соковой продукции.

10 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории

10.1 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки внутрилабораторной прецизионности и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений [на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности, погрешности].

Организацию и оценку результатов контроля осуществляют в соответствии с рекомендациями [1].

Периодичность контроля погрешности (точности) устанавливается самой лабораторией с учетом фактического состояния работ. При смене партий реактивов, экземпляров средств измерений, проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации метода осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ ИСО 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта.

При неудовлетворительных результатах контроля: превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения — выясняют и устраняют причины этих отклонении.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 (пункт 4.2).

11 Требования, обеспечивающие безопасность

11.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007. При подготовке проб к определению и выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

11.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженер-химик, техник или лаборант, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие методику измерений с применением метода высокоэффективной жидкостной хроматографии. Первое выполнение метода высокоэффективной жидкостной хроматографии в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего методом высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)

Метрологические характеристики метода

А.1 Метрологические характеристики метода приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Основные метрологические характеристики метода ИФУ 72 (1998) «Метод определения фумаровой кислоты с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии»

Наименование показателя	Значение показателя в диапазоне массовой концентрации (массовой доли) от 1 до 50 мг/дм^3 (млн$^{-1}$)		
	Вишневый нектар	Яблочный сок	Вишневый нектар
Среднее опорное значение C, мг/дм^3	14,5	6,8	3,4
Стандартное отклонение повторяемости S_r, мг/дм^3	0,172	0,225	0,165
Предел повторяемости (сходимости) r, мг/дм^3	0,5	0,6	0,5
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, мг/дм^3	0,674	0,682	0,801
Предел воспроизводимости R, мг/дм^3	1,9	1,9	2,2
Показатель точности (границы абсолютной погрешности измерений), $\pm \Delta$, мг/дм^3, при $P = 0,95$	1,3	1,3	1,5

Библиография

[1] РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080
67.050

Ключевые слова: соковая продукция, фумаровая кислота, сущность метода, высокоэффективная жидкостная хроматография, градуировочные растворы, массовая концентрация, массовая доля

Редактор *И.Е. Черепкова*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 05.11.2019. Подписано в печать 28.11.2019. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,15.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru