ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 70224— 2022**

# ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

## Метод определения пропионат-ионов в комплексных пищевых добавках

**Издание официальное**

**Москва**
**Российский институт стандартизации**
**2022**

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых добавок — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем имени В.М. Горбатова» РАН (ВНИИПД — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки, ароматизаторы, соль пищевая»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 июля 2022 г. № 654-ст

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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

## Метод определения пропионат-ионов в комплексных пищевых добавках

Food additives. Method for the determination of propionate ions in complex food additives

**Дата введения — 2023—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на комплексные пищевые добавки (далее — пищевые добавки), содержащие в своем составе пропионовую кислоту и/или ее соли, и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии определения массовой доли пропионат-ионов (в виде пропионовой кислоты) в диапазоне измерений от 0,005 % до 100 %.

## 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 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

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

**Издание официальное**

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26272[1)] Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

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

ГОСТ 32746 Добавки пищевые. Кислота пропионовая Е280. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 51999 Спирт этиловый технический синтетический ректификованный и денатурированный. Технические условия

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

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 Сущность метода

Метод основан на выделении пропионовой кислоты и ее ионов на аналитических обращенно-фазовых хроматографических колонках в режиме изократического элюирования, идентификации и количественном определении пропионовой кислоты с помощью спектрофотометрического детектора или диодно-матричного детектора в диапазоне длин волн от 190 до 600 нм.

Примечание — Максимум светопоглощения пропионовой кислоты при длине волны детектирования 211 нм.

## 4 Требования безопасности

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

4.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.4.009.

4.3 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

4.4 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

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

---

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 59973—2021 «Часы электронно-механические наручные и карманные. Общие технические условия».

## 5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Хроматограф жидкостный, снабженный спектрофотометрическим детектором либо диодно-матричным детектором, позволяющими проводить измерения в диапазоне длин волн от 190 до 600 нм, а также снабженный программным обеспечением для сбора и обработки хроматографических данных.

Требования к метрологическим характеристикам хроматографа приведены в таблицах 1 и 2

Таблица 1 — Метрологические характеристики хроматографа со спектрофотометрическим детектором

| Относительное среднеквадратичное отклонение выходного сигнала, %, не более | | | |
|---|---|---|---|
| по площади пика | по высоте пика | по времени удерживания | по площади пика за 8 ч непрерывной работы |
| 3 | 3 | 1,0 | 4 |

Таблица 2 — Метрологические характеристики хроматографа с диодно-матричным детектором

| Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, е. о. п., не более | Значение дрейфа нулевого сигнала, е. о. п. X ч, не более | Относительное среднеквадратичное отклонение выходных сигналов, %, не более | | Относительное изменение выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы, %, не более | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Время удерживания | Площадь пика | Время удерживания | Площадь пика |
| $1,5 \cdot 10^{-5}$ | 1,5 КГ$^3$ | 0,3 | 1,0 | 2,0 | 2,0 |

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами абсолютной допускаемой погрешности в эксплуатации ±0,001 г.

Весы утвержденного типа, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0002 г.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Пипетки градуированные 2-1-2-5, 2-1-2-10 и 2-1-2-25 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-го класса точности любого исполнения вместимостью 1000 см$^3$ по ГОСТ 1770.

Стаканы любого типа, исполнения 1. Вместимостью 50, 100 и 1000 см$^3$ по ГОСТ 25336.

Пробирки для центрифугирования вместимостью 50 см$^3$.

Фильтры мембранные с размером пор 0,45 мкм из политетрафторэтилена (ФМПТФЭ) — фторопласта.

Микрошприц вместимостью 250 мм$^3$ (для ручного ввода пробы).

Центрифуга, обеспечивающая не менее 12000 мин$^{-1}$.

Колонка хроматографическая (250 × 4,6 мм), заполненная обращенно-фазовым сорбентом С18, снабженная защитной предколонкой, например GL Sciences Inertsil ODS-3/ODS-3V column (4.6 × 250 mm, 5 μm).

Виалы стеклянные вместимостью 2 см$^3$.

Ступка и пестик лабораторные по ГОСТ 9147.

Иономер (pH-метр) с пределом абсолютной погрешности измерений ±0,1 ед. pH.

Ванна ультразвуковая с регулируемой температурой термостата в диапазоне от 20 °С до 80 °С объемом не менее 200 см$^3$, мощностью не менее 100 Вт.

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение растворов при температуре от 2 °С до 10 °С.

Кислота пропионовая по ГОСТ 32746, с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, х. ч.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Ацетонитрил для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Спирт этиловый по ГОСТ Р 51999, марки А, высшего сорта.

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

Все поверяемое оборудование должно быть поверено в установленном порядке.

## 6 Подготовка к проведению анализа

### 6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Отбор проб продукции для определения содержания пропионовой кислоты проводят в соответствии с действующими нормативными документами на продукцию.

6.1.2 Для составления суммарной пробы пищевой добавки из разных мест каждой упаковочной единицы, предоставленной на контроль, отбирают мгновенные пробы равными порциями массой не более 10 г.

От каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должно быть отобрано одинаковое число мгновенных проб, одинаковых по массе.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материалов, инертных к солям пропионовой кислоты, погружая пробоотборник в продукт не менее чем на 3/4 глубины.

Для получения суммарной пробы мгновенные пробы помещают в сухую чистую стеклянную или полиэтиленовую емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы — не менее 100 г.

6.1.3 Подготовленную суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую сухую, плотно закрывающуюся стеклянную или полиэтиленовую емкость.

Емкость с первой частью суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества и безопасности пищевой добавки.

6.1.4 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование пищевой добавки;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- число упаковочных единиц в партии;
- дата изготовления;
- дата отбора проб;
- фамилии лиц, проводивших отбор пробы.

### 6.2 Условия проведения анализа

При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 75 %.

Все операции с реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

### 6.3 Требования к квалификации оператора

К проведению измерений и обработке результатов хроматографического анализа допускают лиц, имеющих специальное образование, опыт работы в области жидкостной хроматографии, изучивших руководство по эксплуатации жидкостного хроматографа, инструкцию по использованию системы обработки хроматографических данных и настоящий стандарт.

### 6.4 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей кислород

Дистиллированную воду, не содержащую кислород, готовят по ГОСТ 4517—2016 (пункт 4.37) и используют свежеприготовленной.

### 6.5 Подготовка ацетонитрила (подвижная фаза А)

Перед использованием элюента его предварительно дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин. Для хроматографов, оснащенных системой дегазации, дегазация не требуется.

Подвижную фазу приготавливают в объеме, необходимом для проведения серии измерений.

### 6.6 Приготовление раствора уксуснокислого аммония молярной концентрации 0,01 моль/дм$^3$ с pH 4,2 (подвижная фаза В)

(0,770 ± 0,001) г уксуснокислого аммония взвешивают в стакане вместимостью 100 см$^3$, растворяют в приблизительно 80 см$^3$ дистиллированной воды, не содержащей кислород, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор переносят в мерный стакан вместимостью 1000 см$^3$ и доводят pH до значения 4,2 ед. pH ледяной уксусной кислотой, регистрируя показания иономером. Полученный раствор дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин с последующей фильтрацией через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Раствор используют в течение трех дней при условии визуального отсутствия нерастворимых веществ. Перед использованием элюента в последующие дни его предварительно дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 15 мин с последующей фильтрацией через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Для хроматографов, оснащенных системой дегазации, дегазация не требуется.

Подвижную фазу приготавливают в объеме, необходимом для проведения серии измерений.

### 6.7 Приготовление раствора соляной кислоты в этаноле молярной концентрации *c* (HCl) = 0,5 моль/дм$^3$ (0,5 Н)

Раствор соляной кислоты в этаноле готовят по ГОСТ 25794.1—83 (пункт 2.1), заменяя дистиллированную воду на этиловый спирт.

Раствор хранят в стеклянных бутылках — не более 6 мес. Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.1—83 (пункт 2.1.3) и проверяют не реже одного раза в месяц.

### 6.8 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы пропионовой кислоты готовят в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 — Приготовление градуировочных растворов

| Номер градуировочного раствора | Вместимость мерной колбы, см$^3$ | Способ приготовления | Массовая концентрация, мг/дм$^3$ |
|---|---|---|---|
| 6 | 100 | Взвешивают (0,0320 ± 0,0001) г пропионовой кислоты в стакане вместимостью 100 см$^3$, растворяют в 50 см$^3$ ацетонитрила, количественно переносят в мерную колбу и доводят до 100 см$^3$ дистиллированной водой | 320 |
| 5 | 50 | В мерную колбу приливают 25 см$^3$ раствора 6, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают | 160 |
| 4 | 50 | В мерную колбу приливают 25 см$^3$ раствора 5, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают | 80 |

*Окончание таблицы 3*

| Номер градуировочного раствора | Вместимость мерной колбы, $см^3$ | Способ приготовления | Массовая концентрация, $мг/дм^3$ |
|---|---|---|---|
| 3 | 50 | В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 4, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают | 40 |
| 2 | 50 | В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают | 20 |
| 1 | 50 | В мерную колбу приливают 25 $см^3$ раствора 2, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают | 10 |

Раствор 4 рекомендуется использовать в качестве контрольного раствора при ежедневных измерениях.

Срок хранения раствора 4 — не более трех дней при температуре (20 ± 5) °С или не более 1 мес при температуре от 2 °С до 5 °С.

Растворы 1, 2, 3, 5 и 6 используют свежеприготовленными.

### 6.9 Подготовка хроматографа к работе

Включение и подготовку хроматографической системы к работе (включая кондиционирование колонки), а также выключение хроматографа по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством пользователя программно-аппаратным комплексом сбора и обработки данных.

### 6.10 Условия хроматографического анализа

При проведении хроматографического анализа создают и поддерживают следующие условия:

- температура колонки — температура окружающей среды;
- рабочая длина волны спектрофотометрического детектора — 211 нм или диапазон длин волн для диодно-матричного детектора — от 190 до 600 нм;
- объем вводимой пробы — от 5 до 20 $мм^3$;
- режим элюирования — изократический: А:В — 30:70, скорость потока — 1,0 $см^3$/мин.

Допускается изменение скорости потока и параметров изократического режима.

### 6.11 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят в соответствии с руководством по эксплуатации с использованием градуировочных растворов (см. 6.8). Регистрируют по две хроматограммы каждого градуировочного раствора, определяют площадь сигналов определяемых компонентов на хроматограммах градуировочных растворов и устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости площади сигнала пропионовой кислоты $S$, отн. ед., от его массовой концентрации в градуировочном растворе $c$, $мг/дм^3$.

$$c = k \cdot S, \quad (1)$$

где $c$ — массовая концентрация пропионовой кислоты в градуировочном растворе, $мг/дм^3$ ($мкг/см^3$);

$k$ — градуировочный коэффициент, $мкг/см^3 \cdot (отн.\ ед.)^{-1}$;

S — площадь сигнала, отн. ед.

Градуировочный коэффициент , $мкг/см^3 \cdot (отн.\ ед.)^{-1}$, вычисляют с использованием программного обеспечения к хроматографу или по методу наименьших квадратов, принимая свободный член в уравнении регрессии равным нулю, по формуле

$$k = \frac{\Sigma(S_i \cdot c_i)}{\Sigma S_i^2}, \quad (2)$$

где $S_i$ — площадь сигнала пропионовой кислоты при измерении *i*-го градуировочного раствора, отн. ед;

$c_i$ — массовая концентрация пропионовой кислоты при измерении *i*-го градуировочного раствора, мкг/см$^3$.

В соответствии с программным обеспечением хроматографа рассчитывают коэффициент корреляции $R^2$ для градуировочной зависимости. Градуировочную характеристику считают приемлемой, если коэффициент корреляции не ниже 0,99.

Градуировку проводят при смене оборудования, колонок, условий хроматографического анализа или при выявлении несоответствий при оперативном контроле качества измерений или при внутреннем аудите.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят перед проведением измерений, используя градуировочный раствор 4.

Результаты контроля стабильности градуировочной характеристики признают удовлетворительными при выполнении условия

$$|X_{изм} - C_{ст}| \le 0{,}01 \cdot G \cdot C_{ст}, \quad (3)$$

где $X_{изм}$ — результат измерения массовой концентрации пропионовой кислоты в контрольных растворах, мкг/см$^3$;

$C_{ст}$ — фактическое значение массовой концентрации пропионовой кислоты в контрольных растворах, мкг/см$^3$;

$G$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

Во всем диапазоне градуировочной характеристики $G$ = 4,5 %. Если условие (3) не выполняется, градуировочную характеристику устанавливают заново во всем диапазоне измерений.

## 7 Проведение измерений

### 7.1 Подготовка пробы для измерений

Анализируемую пробу измельчают в ступке до однородного состояния. Навеску гомогенизированной пробы массой (1,000 ± 0,001) г взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака в центрифужной пробирке вместимостью 50 см$^3$, добавляют 5 см$^3$ раствора соляной кислоты в этаноле, тщательно встряхивают в течение 3 мин и помещают в УЗ-ванну на 30 мин при 30 °С (мощность 160 Вт). После этого еще раз встряхивают в течение 3 мин и затем пробы центрифугируют при частоте вращения 11000 мин$^{-1}$ в течение 15 мин с последующим отбором надосадочной жидкости в стеклянную виалу вместимостью 2 см$^3$.

### 7.2 Регистрация хроматограмм

Подготовленную по 7.1 пробу дозируют в хроматограф и регистрируют хроматограмму в тех же условиях, в которых были зарегистрированы хроматограммы градуировочных растворов (см. 6.10). На полученных хроматограммах идентифицируют сигналы определяемой пропионовой кислоты по длине волны детектирования (211 ± 1) нм и совпадению времен удерживания в градуировочных растворах и пробах при ширине окна идентификации 5 %. Используя значения площадей сигналов, вычисляют значения массовой концентрации идентифицированной пропионовой кислоты, используя градуировочные характеристики, установленные по 6.11. В случае превышения вычисленной концентрации диапазона градуировки пробу необходимо разбавить этанолом в такое количество раз, которое позволит не выйти за границы диапазона массовых концентраций градуировки (позволит попасть в диапазон от 10 до 320 мкг/см$^3$).

## 8 Обработка результатов измерений

8.1 На полученных хроматограммах по времени удерживания идентифицируют сигнал пропионовой кислоты.

Массовую концентрацию пропионовой кислоты $\omega$, %, в анализируемой пробе рассчитывают по градуировочной характеристике с помощью программы сбора и обработки хроматографических данных по формуле

$$\omega = \frac{C_{изм} \cdot 5}{10^6 \cdot m} \cdot 100, \quad (4)$$

где $C_{изм}$ — массовая концентрация пропионовой кислоты, найденная по градуировочному графику, мкг/см$^3$;

5 — объем раствора соляной кислоты в этаноле, приготовленного по 6.7, см$^3$;

$m$ — масса навески анализируемой пробы по 7.1, г;

$10^6$ — коэффициент пересчета массы навески из г в мкг;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты.

8.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие предела повторяемости (см. таблицу 4).

Таблица 4 — Метрологические характеристики результатов измерений

| Определяемый консервант | Диапазон измерения массовой концентрации (массовой доли), % | Относительное стандартное отклонение повторяемости (сходимости) $\sigma_r$, % | Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $\sigma_R$, % | Показатель точности измерений (границы относительной погрешности измерений при доверительной вероятности ($P$ = 0,95*) $\pm\delta$, % |
|---|---|---|---|---|
| Пропионовая кислота | от 0,005 до 100 | 2 | 4 | 9 |
| * Численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k$ = 2. | | | | |

## 9 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025. При этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт с указанием процедуры подготовки пробы.

Результаты измерений массовой доли пропионовой кислоты представляют в виде

$$\overline{\omega} \pm \Delta_\omega, \quad (5)$$

где $\overline{\omega}$ — массовая доля пропионовой кислоты в пробе, % (см. 8.1);

$\Delta_\omega$ — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации пропионовой кислоты при доверительной вероятности $P$ = 0,95, %, вычисляемые по формуле

$$\Delta_\omega = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{\omega}, \quad (6)$$

где $\delta$ — границы относительной погрешности измерений массовой концентрации консервантов (см. таблицу 4), %.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение показателя точности измерений, вычисленное по формуле (6). Абсолютное значение показателя точности измерений представляют двумя значащими цифрами, если первая цифра не превышает трех. В остальных случаях оставляют одну значащую цифру.

УДК 663.05:006.354 ОКС 67.220.20

Ключевые слова: комплексные пищевые добавки, пропионовая кислота, хроматографический метод анализа, проведение анализа, обработка результатов

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 21.07.2022. Подписано в печать 29.07.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» 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