МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33409— 2015

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СОКОВАЯ

Определение содержания углеводов и глицерина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 июня 2016 г. № 638-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33409—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ.МН 2809—2007 «Определение содержания углеводов и глицерина в коньячных спиртах, коньяках, винах, виноматериалах, ликерах, настойках, соках и сокосодержащей продукции методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методика выполнения измерений», аттестованной БелГИМ. Свидетельство об аттестации № 466/2007 от 22 декабря 2007 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов . . . 2
5.1 Требования безопасности . . . 2
5.2 Требования к квалификации оператора . . . 2
6 Условия проведения измерений . . . 2
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы . . . 2
8 Подготовка к проведению измерений . . . 3
8.1 Подготовка пробы . . . 3
8.2 Приготовление элюирующего раствора . . . 3
8.3 Приготовление градуировочных растворов . . . 3
8.4 Подготовка хроматографа к работе . . . 4
8.5 Проведение градуировки . . . 4
9 Порядок проведения измерений . . . 5
9.1 Проведение измерений . . . 5
9.2 Идентификация индивидуальных соединений . . . 5
10 Обработка результатов измерений . . . 5
11 Оформление результатов измерений . . . 5
12 Показатели точности метода . . . 6
12.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости . . . 6
12.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости . . . 7
13 Контроль точности результатов измерений . . . 8
13.1 Проведение контрольной процедуры . . . 8
13.2 Вычисление результата контрольной процедуры $K_к$ . . . 8
13.3 Расчет норматива контроля K . . . 8
13.4 Принятие решений по результатам контроля . . . 9
Приложение А (справочное) Типичная хроматограмма градуировочного раствора углеводов и глицерина . . . 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ И СОКОВАЯ

Определение содержания углеводов и глицерина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Alcohol and juices production.
Determination of carbohydrate and glycerine products by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную продукцию, фруктовые и овощные соки, нектары, морсы, пюре и концентрированные пюре, сокосодержащие напитки (далее — соковая продукция) и устанавливает порядок определения массовой концентрации глицерина, арабинозы, фруктозы, галактозы, глюкозы, сахарозы (далее — определяемые компоненты) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием для регистрации рефрактометрического детектора.

Диапазон измерений массовой концентрации для определяемых компонентов составляет от 0,5 до 250,0 г/дм^3.

Предел измерений (LOQ) массовой концентрации для всех компонентов составляет 0,5 г/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.003—91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 за текущий год. 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **предел измерения (LOQ)**: Наименьшее значение массовой концентрации определяемого компонента, которое может быть измерено с установленной точностью в соответствии с настоящим стандартом.

3.2 **диапазон измерений**: Область значений массовой концентрации определяемого компонента в пробе, определяемая в соответствии с настоящим стандартом.

4 Сущность метода

Метод основан на разделении смеси углеводов и глицерина на хроматографической колонке в режиме изократического элюирования. Количественное определение компонентов проводят с помощью рефрактометрического детектора по величине сигнала — индекса рефракции, интегрированного по времени.

5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

5.1 Требования безопасности

При проведении работ персонал должен знать и строго соблюдать на рабочем месте требования:

- электробезопасности по ГОСТ 12.2.003;
- пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории;
- техники безопасности, изложенные в эксплуатационных документах на средства измерений и оборудование, применяемые при проведении измерений.

5.2 Требования к квалификации оператора

К проведению измерений и обработке результатов хроматографического анализа могут быть допущены лица, имеющие специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и в области жидкостной хроматографии, изучившие руководство по эксплуатации жидкостного хроматографа, инструкцию по использованию системы обработки хроматографических данных. Первое применение метода высокоэффективной жидкостной хроматографии в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода высокоэффективной жидкостной хроматографии и имеющего практические навыки в этой области.

6 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 2) °С;
- относительная влажность воздуха 30—80 %.

Помещения для проведения измерений должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией и подводкой воды.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Весы лабораторные электронные, с наибольшим пределом взвешивания 220 г, ценой деления 0,0001 г.

Высокоэффективный жидкостной хроматограф, включающий:

- насос бинарный с вакуумным дегазатором;
- термостат колонок;
- детектор рефрактометрический с диапазоном относительного индекса преломления от 1,0 до 1,75 RIU;
- автосамплер;
- систему управления и обработки данных;

- колонку аналитическую обращенно-фазную хроматографическую, длина 150–200 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, размер зерна 5 мкм.

Примечание — Допускается использование других аналитических хроматографических колонок, позволяющих получить удовлетворительное разделение углеводов и глицерина в алкогольной продукции[1)].

Устройство для фильтрования подвижной фазы.
Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы d = 25 мм, $d_{пор}$ = 0,25 мкм.
Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы d = 47 мм, $d_{пор}$ = 0,45 мкм.
Шприц медицинский вместимостью 5 $см^3$.
Виалы для автосамплера вместимостью 2 $см^3$.
Колбы 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770.
Пипетки 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25, 2-2-50 по ГОСТ 29169.
Пипетки 1-1-1-1, 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.
Цилиндр 1-1000-1 по ГОСТ 1770.
Арабиноза, содержание основного вещества не менее 99,3 %.
Ацетонитрил для жидкостной хроматографии[2)].
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Галактоза, содержание основного вещества не менее 99,5 %.
Глицерин, содержание основного вещества не менее 99,5 %.
Глюкоза, содержание основного вещества не менее 99,5 %.
Сахароза, содержание основного вещества не менее 99,5 %.
Фруктоза, содержание основного вещества не менее 99,0 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов, по качеству не ниже указанных.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка пробы

Пробы сухого вина, сухого виноматериала, коньячного дистиллята анализируют без разбавления. Десертные, ликерные вина и ликеры разбавляют предварительно в 25 раз. Для этого отбирают пипеткой 2,0 $см^3$ пробы, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки при температуре (20 ± 2) °С. Пробы коньяка, винодельческой продукции и соковой продукции разбавляют дистиллированной водой в 10 раз. Для этого отбирают пипеткой 5 $см^3$ пробы, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки при температуре (20 ± 2)°С. Перед анализом все пробы фильтруют через целлюлозный мембранный фильтр. Подготовленная к измерению проба должна быть прозрачной. Игристые и газированные вина перед разбавлением дегазируют.

8.2 Приготовление элюирующего раствора

Элюирующий раствор готовят смешиванием 750 $см^3$ ацетонитрила и 250 $см^3$ дистиллированной воды. Перед применением раствор фильтруют через фильтр из регенерированной целлюлозы с диаметром 47 мм, диаметром пор 0,45 мкм.

8.3 Приготовление градуировочных растворов

8.3.1 Приготовление основного градуировочного раствора «А» с массовой концентрацией 10 $г/дм^3$ для каждого отдельного углевода и глицерина

[1)] Примером подходящего продукта является хроматографическая колонка ZORBAX carbohydrate (150 × 4,6 мм, 5 мкм). Данная информация приведена для удобства и не означает признания названного продукта пользователями настоящего стандарта.

[2)] Примером подходящего продукта является торговая марка «Криохром», сорт 1. Данная информация приведена для удобства и не означает признания названного продукта пользователями настоящего стандарта.

Навеску каждого компонента массой 2,0000—2,0500 г взвешивают непосредственно в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Результат взвешивания фиксируют с точностью до 0,0001 г. В колбу с навесками добавляют 100—150 см^3 дистиллированной воды. Раствор перемешивают до полного растворения и доводят до метки дистиллированной водой при температуре (20 ± 2) °С. Точную массовую концентрацию каждого компонента (*i*) в растворе «А» C_{A_i}, г/дм^3, вычисляют с учетом содержания основного вещества по формуле:

$$C_{A_i} = \frac{m_i \cdot P_i}{V_A} \cdot 10, \quad (1)$$

где m_i — масса навески *i*-компонента, г;

P_i — массовая доля основного вещества *i*-компонента, %;

V_A — объем мерной колбы, см^3;

10 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3 .

Основной градуировочный раствор хранят в холодильнике не более 10 сут.

8.3.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов углеводов и глицерина

Рабочие градуировочные растворы смеси пяти углеводов и глицерина готовят по схеме, указанной в таблице 1. Аликвотные части основного градуировочного раствора «А» с массовой концентрацией 10 г/дм^3 переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой при температуре (20 ± 2) °С.

Таблица 1 — Схема приготовления рабочих градуировочных растворов

Номер раствора	Объем основного градуировочного раствора «А», см^3	Массовая концентрация* рабочего градуировочного раствора, г/дм^3	Объем рабочего градуировочного раствора, см^3
1	5,0	0,5	100
2	10,0	1,0	100
3	20,0	2,0	100
4	25,0	2,5	100
5	50,0	5,0	100
* Точное значение массовой концентрации углеводов и глицерина в рабочих градуировочных растворах вычисляют с учетом точного значения массовой концентрации определяемого компонента в основном градуировочном растворе.			

Рабочим градуировочным раствором № 6 является основной градуировочный раствор «А», приготовленный по 8.3.1.

8.4 Подготовка хроматографа к работе

Подготовку жидкостного хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией фирмы — производителя оборудования.

8.4.1 Условия хроматографического анализа

Колонка аналитическая обращенно-фазная, длина 150—200 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, заполненная сорбентом, с размером частиц 5 мкм.

Элюент: ацетонитрил/дистиллированная вода (75/25 %, по объему).

Режим элюирования: изократический.

Температура колонки: (25,0 ± 0,1) °С.

Температура детектора: (35,0 ± 0,5) °С.

Скорость подачи элюента: 1 см^3/мин.

Детектор: рефрактометрический.

Объем вводимой пробы: 20—50 мм^3.

8.5 Проведение градуировки

Для проведения градуировки используют свежеприготовленные растворы.

Для определения параметров градуировочного графика выполняют градуировку хроматографа по шести рабочим градуировочным растворам. Каждый раствор хроматографируют не менее двух раз. Градуировочная зависимость должна иметь вид $y = bx + a$. Параметры градуировочной зависимости вычисляют путем анализа линейной регрессии скорректированных площадей пиков.

Градуировку необходимо повторять после технического обслуживания (например, замена старой колонки на новую), после ремонта жидкостного хроматографа и в случае, если система ВЭЖХ не эксплуатировалась в течение длительного времени, а также при несоответствии результатов измерений критериям оперативного контроля.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Проведение измерений

Проводят измерение пробы, подготовленной по 8.1.

Пробу хроматографируют не менее двух раз. Пики компонентов в пробе должны быть правильно проинтегрированы, при необходимости корректируют результаты интегрирования площади пика вручную. Если вычисленная массовая концентрация компонента в измеряемом хроматографическом растворе превышает верхнюю границу диапазона градуировки, пробу разбавляют дистиллированной водой, увеличивая коэффициент разбавления, и повторяют измерение.

9.2 Идентификация индивидуальных соединений

Идентификацию индивидуальных соединений проводят по времени удерживания. При отсутствии пика определяемого компонента на характеристическом времени удерживания делают вывод о том, что данный компонент в пробе отсутствует.

Если время удерживания определяемого компонента на хроматограмме анализируемой пробы совпадает со временем удерживания данного компонента в градуировочном растворе, то считают, что данный компонент в пробе присутствует.

Типичная хроматограмма градуировочного раствора приведена в приложении А.

10 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию i-компонента в пробе C_i, г/дм^3, вычисляют по формуле:

$$C_i = C_{xi} \cdot K, \tag{2}$$

где C_{xi} — массовая концентрация i-компонента, полученная по градуировочной кривой, г/дм^3;

K — коэффициент разбавления, вычисляемый по формуле:

$$K = \frac{V_p}{V_a}, \tag{3}$$

где V_p — объем разбавленного раствора пробы, см^3;

V_a — объем исходного раствора пробы, см^3.

Вычисление массовой концентрации i-компонента проводят до второго десятичного знака.

11 Оформление результатов измерений

Если величина C_i меньше предела измерения C_{LOQ}, то вычисления по формуле (4) не проводят, а дают одностороннюю оценку массовой концентрации i-компонента в граммах на кубический дециметр (г/дм^3) в виде:

$$C_i < C_{LOQ},$$

где C_{LOQ} — предел измерения.

Предел измерения составляет C_{LOQ} = 0,5 г/дм^3 для всех измеряемых компонентов.

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений при выполнении условия повторяемости по 12.1.

$$\overline{C}_{i1} = \frac{C_{i1} + C_{i2}}{2}, \tag{4}$$

где C_{i1}, C_{i2} — результаты параллельных измерений массовой концентрации i-компонента в пробе, г/дм^3.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

Результат измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в следующем виде:

$$\left(\overline{C} \pm \Delta\right),$$

где $\overline{C}$ — результат измерений, г/дм^3, полученный в соответствии с настоящим стандартом и вычисленный согласно формуле (4);

$\pm \Delta$ — абсолютное значение показателя точности настоящей методики, г/дм^3.

Абсолютное значение показателя точности Δ, г/дм^3, вычисляют, используя относительное значение показателя точности δ, %, указанное в таблице 4, по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \quad (5)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$\overline{C}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений, г/дм^3.

12 Показатели точности метода

12.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят при выполнении измерений по 9.1 и получают два параллельных результата единичных измерений анализируемой пробы в условиях повторяемости. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений, расхождение между которыми не превышает установленного предела повторяемости.

Проверку приемлемости проводят следующим образом.

Вычисляют абсолютное расхождение между результатами единичных измерений $|C_1 - C_2|$, значение которого сравнивают с абсолютным значением предела повторяемости $r_{абс}$. Абсолютное значение предела повторяемости $r_{абс}$, г/дм^3, вычисляют по формуле:

$$r_{абс} = 0,01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{C}, \quad (6)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$r_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости, %, указанное в таблице 2;

$\overline{C}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений, г/дм^3.

Если для значения абсолютного расхождения между двумя результатами единичных измерений выполняется условие:

$$|C_1 - C_2| \le r_{абс}, \quad (7)$$

то оба результата считают приемлемыми и в качестве результата измерений указывают среднее арифметическое значение $\overline{C}$, вычисленное по формуле (4).

Таблица 2 — Относительные значения пределов повторяемости

Наименование компонентов	Интервал значений массовой концентрации, г/дм^3	Предел повторяемости r, % (для двух результатов единичных измерений)
Глицерин	От 0,5 до 250,0 включ.	4,4
Арабиноза	От 0,5 до 10,0 включ.	9,7
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	5,3
Фруктоза	От 0,5 до 250,0 включ.	6,6
Глюкоза	От 0,5 до 10,0 включ.	11,1
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	5,8
Галактоза	От 0,5 до 10,0 включ.	14,7
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	8,6

Окончание таблицы 2

Наименование компонентов	Интервал значений массовой концентрации, г/дм^3	Предел повторяемости r, % (для двух результатов единичных измерений)
Сахароза	От 0,5 до 10,0 включ.	13,3
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	6,9

12.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят следующим образом. Каждая из двух лабораторий проводит измерения в соответствии с 9.1 и получает результат измерений, обеспечивая контроль повторяемости по 12.1.

Вычисляют среднее арифметическое значение $\overline{\overline{C}}$, г/дм^3, результатов измерений двух лабораторий $\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ соответственно:

$$\overline{\overline{C}} = \frac{\overline{C}_1 + \overline{C}_2}{2}. \quad (8)$$

Вычисляют абсолютное расхождение между результатами измерений $\left|\overline{C}_1 \quad \overline{C}_2\right|$ полученными в двух лабораториях, значение которого сравнивают с абсолютным значением предела повторяемости $R_{абс}$. Абсолютное значение предела повторяемости $R_{абс}$, г/дм^3, вычисляют по формуле:

$$R_{абс} = 0{,}01 \cdot R_{ОТН} \cdot \overline{\overline{C}}, \quad (9)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$R_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости, %, указанное в таблице 3;

$\overline{\overline{C}}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений, г/дм^3.

Таблица 3 — Относительные значения пределов воспроизводимости

Наименование компонентов	Интервал значений массовой концентрации, г/дм^3	Предел воспроизводимости R, % (для двух результатов измерений)
Глицерин	От 0,5 до 250,0 включ.	15,8
Арабиноза	От 0,5 до 10,0 включ.	24,4
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	20,2
Фруктоза	От 0,5 до 250,0 включ.	14,4
Глюкоза	От 0,5 до 10,0 включ.	19,4
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	12,5
Галактоза	От 0,5 до 10,0 включ.	27,7
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	19,1
Сахароза	От 0,5 до 10,0 включ.	21,3
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	13,6

Если для значения абсолютного расхождения между результатами двух лабораторий выполняется условие:

$$\left|\overline{C}_1 - \overline{C}_2\right| \le R_{абс}, \quad (10)$$

то оба конечных результата, полученных двумя лабораториями, считают приемлемыми и общее среднее значение $\overline{\overline{C}}$, вычисленное по формуле (8), может быть использовано в качестве заявляемого результата.

13 Контроль точности результатов измерений

Контроль процедуры измерений выполняют с периодичностью, установленной системой менеджмента качества в лаборатории, но обязательно:

- при внедрении настоящего стандарта;
- при появлении факторов, влияющих на стабильность процесса по результатам анализа контрольных карт;
- при значимых изменениях в условиях измерений (другая партия реагентов, новые средства измерений, ремонт оборудования и т. д.);
- при любых выявленных несоответствиях в работе лаборатории применительно к настоящему стандарту.

При проведении оперативного контроля процедуры измерений с применением метода добавок средствами контроля являются стабильные рабочие пробы и эти же пробы с известной добавкой определяемого компонента.

13.1 Проведение контрольной процедуры

Оперативный контроль процедуры измерений выполняют в порядке и с периодичностью, установленными системой менеджмента качества лаборатории.

При использовании процедуры контроля с применением метода добавок необходимо предусмотреть, чтобы погрешности, обусловленные операциями введения добавок и погрешности средств измерений для введения добавок, не вносили статистически значимого вклада в погрешность результатов измерений содержания определяемого компонента в пробах.

Для проведения контрольной процедуры рабочую пробу делят на две части. Одну часть оставляют без изменений, во вторую делают добавку одного или нескольких определяемых компонентов. Величину добавки выбирают в зависимости от массовой концентрации компонента в пробе без добавки, установленной по результатам предварительного анализа пробы, в размере от 50 до 150 %. При этом содержание компонента в пробе с добавкой не должно превышать верхней границы диапазона измерений настоящего стандарта.

Проводят анализ пробы без добавки и пробы с введенной добавкой в условиях повторяемости. В качестве результатов контрольных измерений в пробе $\left(\overline{C}_{\text{n}}\right)$ и в пробе с добавкой $\left(\overline{\ }_{\text{n+d}}\right)$ используют среднее арифметические значения двух результатов единичных измерений, расхождения между которыми не превышают предела повторяемости по 12.1.

13.2 Вычисление результата контрольной процедуры $K_{\text{к}}$

Результат контрольной процедуры $K_{\text{к}}$, г/дм^3, вычисляют по формуле:

$$K_{\text{K}} = C - C_{\text{K}}, \tag{11}$$

где $\overline{C}$ — результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в образце контроля (далее — ОК), г/дм^3;

$C_{\text{к}}$ — контрольное значение массовой концентрации определяемого компонента в ОК, г/дм^3.

При проведении контрольной процедуры с использованием метода добавок $K_{\text{к}}$, г/дм^3, вычисляют по формуле:

$$K_{\text{K}} = \overline{C}_{\text{n+d}} - \left(\overline{C}_{\text{n}} + C_{\text{d}}\right), \tag{12}$$

где $\overline{C}_{\text{n+d}}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе с добавкой, г/дм^3;

$\overline{C}_{\text{n}}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе без добавки, г/дм^3;

C_{d} — вычисленная величина добавки определяемого компонента, г/дм^3.

13.3 Расчет норматива контроля K

Норматив контроля K, г/дм^3, вычисляют по формуле:

$$K = \sqrt{\left(\Delta_{C_{\text{n+d}}}\right)^2 + \left(\Delta_{C_{\text{n}}}\right)^2}, \tag{13}$$

где $\pm\Delta_{C_{\text{n}}}$ — характеристика погрешности результатов контрольного измерения, г/дм^3, соответствующая содержанию определяемого компонента в пробе без добавки;

$\pm\Delta_{C_{n+d}}$ — характеристика погрешности результатов контрольного измерения, г/дм^3, соответствующая содержанию определяемого компонента в пробе с добавкой, вычисленная по формуле:

$$\Delta_{C_{n+d}} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}_{n+d}, \quad (14)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$\pm\delta$ — относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, %, указанное в таблице 4;

$\overline{C}_{n+d}$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных измерений, г/дм^3.

Характеристику погрешности результатов контрольного измерения $\pm\Delta_{C_n}$, г/дм^3, соответствующую содержанию определяемого компонента в пробе без добавки, вычисляют по формуле:

$$\Delta_{C_n} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}_n, \quad (15)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$\pm\delta$ — относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, %, указанное в таблице 4;

$\overline{C}_n$ — среднее арифметическое значение двух результатов единичных наблюдений массовой концентрации определяемого компонента в пробе без добавки, г/дм^3.

Таблица 4 — Относительные значения характеристики погрешности результатов измерений, %

Наименование компонента	Интервал значений массовой концентрации, г/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность метода) $\pm\delta$, %
Глицерин	От 0,5 до 250,0 включ.	11,9
Арабиноза	От 0,5 до 10,0 включ.	18,2
	Св.10,0 до 250,0 включ.	15,1
Фруктоза	От 0,5 до 250,0 включ.	10,9
Глюкоза	От 0,5 до 10,0 включ.	14,4
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	9,2
Галактоза	От 0,5 до 10,0 включ.	20,5
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	14,3
Сахароза	От 0,5 до 10,0 включ.	15,9
	Св. 10,0 до 250,0 включ.	10,1

13.4 Принятие решений по результатам контроля

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$|K_K| \le K. \quad (16)$$

При невыполнении данного условия измерение повторяют, начиная с этапа подготовки проб. При повторном невыполнении условия (16) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(справочное)

Типичная хроматограмма градуировочного раствора углеводов и глицерина

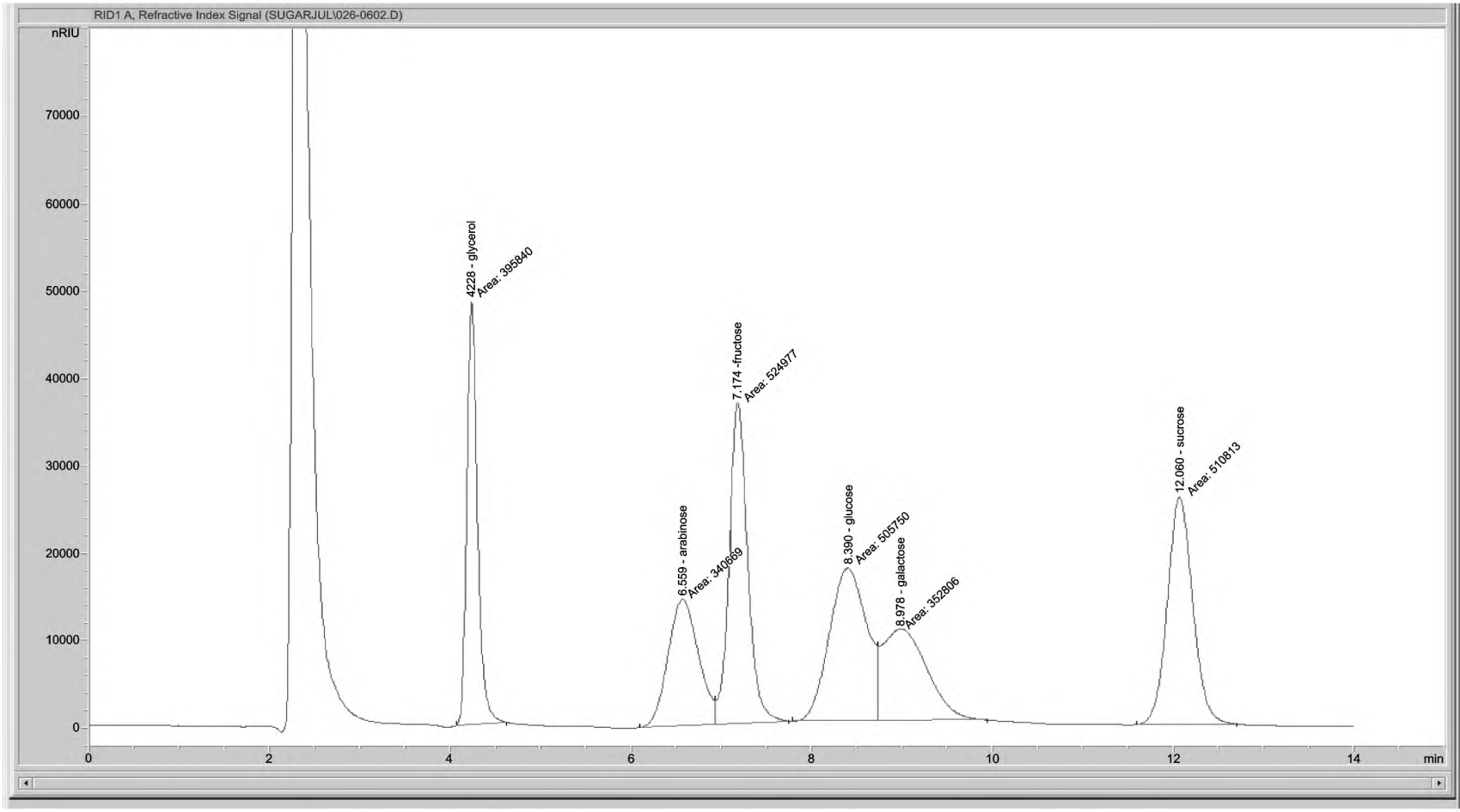

Рисунок А.1 — Типичная хроматограмма градуировочного раствора углеводов и глицерина

УДК 663.2/.8:547.454:543.544:006.354

МКС 67.160.10
67.160.20

Ключевые слова: определение содержания, массовая концентрация, глицерин, углеводы, арабиноза, фруктоза, галактоза, глюкоза, сахароза, алкогольная продукция, соки, соковая продукция, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Редактор *Л.Л. Штендель*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 20.06.2016. Подписано в печать 29.08.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86.

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru