

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
57990—  
2017

---

**ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ  
СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ, БИОЛОГИЧЕСКИ  
АКТИВНЫЕ ДОБАВКИ К ПИЩЕ**

**Метод определения кверцетина**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2018

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 036 «Продукция пищевая специализированная»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2017 г. № 1826-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2018 г.

*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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© Стандартиформ, оформление, 2017, 2018

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 Характеристики  | 2  |
| 5 Сущность метода   | 2  |
| 6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы                     | 2  |
| 7 Отбор проб  | 3  |
| 8 Подготовка к проведению измерений   | 3  |
| 8.1 Подготовка анализируемой пробы  | 3  |
| 8.2 Подготовка основного и рабочего растворов кварцетина                                  | 4  |
| 8.3 Приготовление подвижной фазы  | 4  |
| 9 Условия проведения измерений  | 4  |
| 10 Проведение измерений   | 4  |
| 10.1 Подготовка хроматографа к работе   | 4  |
| 10.2 Условия хроматографических измерений   | 4  |
| 10.3 Проведение анализа   | 5  |
| 10.4 Обработка результатов измерений  | 5  |
| 10.5 Метрологические характеристики   | 5  |
| 11 Проверка приемлемости результатов измерений  | 6  |
| 11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости     | 6  |
| 11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости | 6  |
| 12 Оформление результатов   | 6  |
| 13 Требования безопасности  | 7  |
| 13.1 Требования при выполнении работ  | 7  |
| 13.2 Требования к оператору   | 7  |
| 14 Контроль точности и стабильности результатов измерений                                 | 7  |
| 14.1 Оперативный контроль точности  | 7  |
| 14.2 Контроль стабильности результатов измерений при реализации метода в лаборатории      | 7  |
| Приложение А (справочное) Хроматограмма стандартного раствора кварцетина                  | 9  |
| Библиография  | 10 |

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ,  
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ДОБАВКИ К ПИЩЕ

## Метод определения кверцетина

Foods for special dietary uses, biologically active food supplements.  
Method for the determination of quercetin

Дата введения — 2019—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на специализированные пищевые продукты, биологически активные добавки к пище (далее — БАД)\* и специализированные пищевые продукты, в состав которых введены БАД, и устанавливает метод определения массовой доли кверцетина с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием в диапазоне измерений от 0,05 до 990 %.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- 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 12.4.009 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 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия  
 ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия  
 ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий  
 ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры  
 ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия  
 ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования  
 ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты  
 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике  
 ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

\* Допускается применение метода для других специализированных пищевых продуктов.

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

**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 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями по [1], [2].

### 4 Характеристики

Кверцетин — флавонол, природный полифенол, представляет собой 2-(3,4-дигидроксифенил)-3,5,7-тригидрокси-4H-хромон-4-он.

Химическая формула —  $C_{15}H_{10}O_7$ .

Молекулярная масса 302,24 г/моль.

Структурная формула кверцетина приведена на рисунке 1.

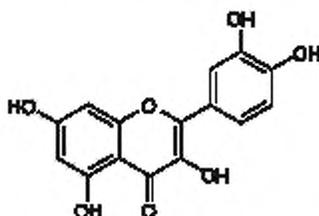


Рисунок 1 — Структурная формула кверцетина

### 5 Сущность метода

Определение массовой доли кверцетина проводят методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ОФ ВЭЖХ) с фотометрическим детектированием (при длине волны  $\lambda = 370$  нм).

Идентификацию кверцетина на хроматограмме пробы осуществляют путем сравнения со временем удерживания на хроматограмме рабочего раствора кверцетина, ультрафиолетового (УФ) и видимого спектра (при использовании диодно-матричного детектора).

### 6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

6.1 Для определения массовой доли кверцетина применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду и материалы:

- хроматограф жидкостный, оснащенный насосом высокого давления, инжектором для ручного или автоматического ввода проб, спектрофотометрическим или диодно-матричным детектором, позволяющим проводить измерения оптической плотности при длине волны 370 нм, и программным обеспечением для сбора и обработки данных;

- колонка хроматографическая длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, сорбент — силикагель с химически связанным октадецилсиланом (С18);
  - баня ультразвуковая лабораторная рабочим объемом не менее 1 дм<sup>3</sup>;
  - емкости для жидких проб (виалы) с завинчивающимися крышками вместимостью 2 см<sup>3</sup>;
  - весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228, специального класса точности, с погрешностью не более 0,2 мг;
  - установка для вакуумного фильтрования и дегазирования подвижной фазы;
  - рН-метр с погрешностью измерения не более  $\pm 0,05$  ед. рН, в диапазоне измерений от 4 до 9 ед. рН;
  - центрифуга настольная с относительной силой центрифугирования (RCF) 4000 g, снабженная адаптерами для пробирок вместимостью 15 см<sup>3</sup>;
  - пробирки полимерные центрифужные конические с завинчивающейся крышкой вместимостью 15 см<sup>3</sup>;
  - стаканы лабораторные В-1-50, В-1-100 и В-1-1000 по ГОСТ 25336;
  - фильтр мембранный из нейлона с диаметром пор 0,45 мкм;
  - шприц медицинский вместимостью 5 см<sup>3</sup>;
  - ступка 1 по ГОСТ 9147;
  - пестик 1 по ГОСТ 9147;
  - часы электронно-механические по ГОСТ 27752;
  - пилетки градуированные 2-1-2-1 или 1-1-2-1, 2-1-2-10, или 2-2-2-10, или 3-2-2-10 по ГОСТ 29227;
  - колбы мерные 1-50-1, 1-50-2, 1-100-1 по ГОСТ 1770.
- 6.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы:
- вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 первой степени чистоты;
  - ацетонитрил для жидкостной хроматографии с коэффициентом пропускания не менее 95 % при длине волны 220 нм (относительно дистиллированной воды), массовая доля воды — не более 0,03 %;
  - метанол для жидкостной хроматографии с коэффициентом пропускания не менее 94 % при  $\lambda = 220$  нм (относительно дистиллированной воды), массовая доля воды — не более 0,05 %;
  - кислота трифторуксусная массовой долей основного вещества не менее 99,8 %;
  - кварцетин\*, ч. д. а., массовая доля основного вещества не менее 95 %.

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

## 7 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с нормативными документами, регламентирующими отбор проб конкретных видов БАД к пище и специализированных пищевых продуктов, в состав которых введены БАД. Масса средней пробы не менее 1 г.

## 8 Подготовка к проведению измерений

### 8.1 Подготовка анализируемой пробы

#### 8.1.1 Подготовка порошкообразной анализируемой пробы

Таблетированные формы и капсулы с порошкообразной БАД, порошкообразные специализированные пищевые продукты освобождают от оболочки (при необходимости) и измельчают в ступке с помощью пестика. Измельченные таблетированные формы или содержимое капсул, порошкообразные специализированные пищевые продукты массой 1,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 70 см<sup>3</sup> смеси метанол — вода в соотношении (8:2). Экстракцию проводят на ультразвуковой бане при температуре от 18 до 22 °С (см. раздел 9) в течение 10 мин, затем пробу доводят до метки смесью метанол — вода с соотношением (8:2). При необходимости пробы разбавляют до

\* Например, SIGMA Q4951. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможности использования другого вещества с аналогичными свойствами.

ожидаемой массовой концентрации кверцетина в растворе 0,01—0,20 мг/см<sup>3</sup>. Отбирают 1,5 см<sup>3</sup> экстракта в центрифужную пробирку. Пробирку центрифугируют в течение 10 мин с относительной силой центрифугирования не менее 4000 g. Надосадочную жидкость анализируют с помощью ВЭЖХ путем сравнения.

#### 8.1.2 Подготовка жидкообразной анализируемой пробы

Сиропы, жидкое содержимое капсул и жидкие БАД к пище, сиропы, жидкие специализированные пищевые продукты разбавляют метанолом до ожидаемой массовой концентрации кверцетина в растворе 0,01—0,20 мг/см<sup>3</sup>. Отбирают 1,5 см<sup>3</sup> экстракта в центрифужную пробирку. Пробирку центрифугируют в течение 10 мин с относительной силой центрифугирования не менее 4000 g. Надосадочную жидкость анализируют с помощью ВЭЖХ.

### 8.2 Подготовка основного и рабочего растворов кверцетина

Кверцетин массой 20 мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> метанола, экстрагируют на ультразвуковой бане до полного растворения вещества. После этого объем доводят до метки метанолом, получая основной раствор с массовой концентрацией 0,2 мг/см<sup>3</sup>.

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> основного раствора и доводят объем до метки метанолом, получая рабочий раствор с массовой концентрацией 0,02 мг/см<sup>3</sup>. Полученный рабочий раствор фильтруют через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

Приготовленные растворы хранят при температуре от 2 до 8 °С в течение не более 3 мес.

### 8.3 Приготовление подвижной фазы

#### 8.3.1 Приготовление раствора трифторуксусной кислоты

При постоянном перемешивании добавляют в воду в колбе по каплям трифторуксусную кислоту до значения рН = 2,5 ед. рН, контролируя показания рН-метра, и фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Водный раствор трифторуксусной кислоты хранят при температуре от 2 до 8 °С не более 3 мес. Перед началом измерения раствор доводят до температуры от 18 до 22 °С.

#### 8.3.2 Приготовление подвижной фазы

Приготовление подвижной фазы: водный раствор трифторуксусной кислоты с рН = 2,5 ед. рН смешивают с ацетонитрилом в объемном соотношении (70:30), дегазируют под вакуумом.

## 9 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений соблюдают следующие условия:

|                                       |                |
|---------------------------------------|----------------|
| Температура окружающего воздуха ..... | (20 ± 5) °С;   |
| Атмосферное давление .....            | (97 ± 10) кПа; |
| Относительная влажность .....         | не более 80 %; |
| Напряжение в питающей сети .....      | (220 ± 20) В;  |
| Частота тока в питающей сети .....    | (50 ± 1) Гц.   |

Измерения проводят в помещении, защищенном от действия прямого солнечного или ультрафиолетового излучения.

## 10 Проведение измерений

### 10.1 Подготовка хроматографа к работе

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

Перед проведением измерений хроматографическую систему кондиционируют подвижной фазой до установления стабильной базовой линии в условиях и порядке, рекомендуемых изготовителем.

### 10.2 Условия хроматографических измерений

Хроматографические измерения проводят при условиях, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Условия хроматографических измерений

| Параметр   | Значения   |
|--|--|
| Насос:<br>- состав подвижной фазы<br><br>- режим элюирования<br>- скорость потока<br>- время анализа | Водный раствор трифторуксусной кислоты pH = 2,5 ед. pH — ацетонитрил (70:30)<br>Изократическое элюирование<br>1,0 см <sup>3</sup> /мин<br>20 мин |
| Инжектор:<br>- объем ввода   | 0,005—0,02 см <sup>3</sup>   |
| Термостат колонок:<br>- температура  | 40 °С  |
| Детектирование   | Спектрофотометрическое при λ = 370 нм  |
| Хроматографическая характеристика:<br>- коэффициент емкости кверцетина, <i>k'</i>                    | 2,9—3,2  |

Коэффициент емкости *k'* характеризует удерживание вещества, равное отношению приведенного времени удерживания к времени выхода несорбируемого компонента (нулевое время). Коэффициент емкости *k'* вычисляют по формуле

$$k' = \frac{t_R - t_0}{t_0} \quad (1)$$

где  $t_R$  — время удерживания кверцетина, мин;  
 $t_0$  — время удерживания несорбируемого компонента, мин.

### 10.3 Проведение анализа

В инжектор хроматографа вводят последовательно рабочий раствор кверцетина по 8.2 и раствор рабочей (исследуемой) пробы по 8.1 с помощью шприца или инжектора для автоматического ввода проб и проводят анализ в условиях, указанных в 10.2.

Регистрируют на хроматограммах пик, соответствующий времени удерживания кверцетина, найденного при анализе рабочего раствора кверцетина согласно 8.2 (см. приложение А).

### 10.4 Обработка результатов измерений

Количественное определение проводят методом внешнего стандарта.

Массовую долю кверцетина *X*, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_2 C_1 V}{S_1 m} \cdot 1000, \quad (2)$$

где  $S_2$  — площадь пика кверцетина в растворе пробы;  
 $C_1$  — массовая концентрация кверцетина в рабочем растворе по 8.2, мг/см<sup>3</sup> ( $C_1 = 0,02$  мг/см<sup>3</sup>);  
 $V$  — объем раствора анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;  
 $S_1$  — площадь пика кверцетина в рабочем растворе;  
 $m$  — масса пробы, г;  
1000 — коэффициент пересчета.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений *X*, %, округленное до трех значащих цифр, и выражают в %.

### 10.5 Метрологические характеристики

Основные метрологические характеристики метода определения массовой доли кверцетина в БАД к пище и специализированных пищевых продуктах приведены в таблице 2.

Таблица 2

| Определяемое вещество | Диапазон измерений массовой доли, % | Показатель точности (границы относительной погрешности $\delta$ , $P = 0,95$ ), $\pm$ % | Предел повторяемости при $n = 2$ и $P = 0,95$ , $r$ , % | Предел воспроизводимости при $n = 2$ и $P = 0,95$ , $R$ , % |
|-----------------------|-------------------------------------|---|---|---|
| Кверцетин             | От 0,05 до 20 включ.                | 19,0  | 9,9   | 11,8  |
|                       | Св. 20 до 990 включ.                | 9,7   | 8,5   | 9,1   |

## 11 Проверка приемлемости результатов измерений

### 11.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли кверцетина в анализируемых пробах в условиях повторяемости проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2). Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot X_{\text{ср}}, \quad (3)$$

где  $X_1, X_2, X_{\text{ср}}$  — значения результатов двух последовательных измерений массовой доли кверцетина, полученных в условиях повторяемости, и их среднее значение, %;  
 $r$  — предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 2, %.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

### 11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой доли кверцетина в анализируемых пробах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях), проводят с учетом рекомендаций ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии

$$|X'_1 - X'_2| \leq 0,01 \cdot R \cdot X'_{\text{ср}}, \quad (4)$$

где  $X'_1, X'_2, X'_{\text{ср}}$  — значения результатов двух измерений массовой доли кверцетина, полученных в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, и их среднее значение, %;  
 $R$  — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 2, %.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

## 12 Оформление результатов

Результат измерений массовой доли кверцетина в рабочей (исследуемой) пробе представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{\text{ср}} \pm \delta \cdot 0,01 X_{\text{ср}} \text{ (при } P = 0,95\text{)},$$

где  $X_{\text{ср}}$  — среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми по 11,1, %.

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

## 13 Требования безопасности

### 13.1 Требования при выполнении работ

Помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами — в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009.

### 13.2 Требования к оператору

Работу по указанной методике могут исполнять специалисты, обладающие необходимыми специальными навыками и познаниями в области хроматографии и аналитической химии.

## 14 Контроль точности и стабильности результатов измерений

### 14.1 Оперативный контроль точности

Оперативный контроль точности результатов измерений осуществляют методом добавок.

Организацию и оценку результатов контроля осуществляют в соответствии [3].

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).

Для проведения оперативного контроля погрешности (точности) определение проводят в пробах, объем или масса которых должны соответствовать удвоенному их количеству, необходимому для проведения определения. Пробу делят на две равные части. В одну из них добавляют кверцетин в таком количестве, чтобы величина добавки в 0,5—1,5 раза отличалась от исходного содержания компонента в пробе, но не превышала верхней границы диапазона определения массовой концентрации (массовой доли) компонента с учетом границ погрешности определения (см. таблицу 2). В обеих частях пробы проводят определение в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Результаты контрольных определений признают удовлетворительными, если погрешность определения массовой доли кверцетина в добавке  $C_{доб}$  не превышает норматива оперативного контроля погрешности (точности)  $K_{доб}$ , то есть выполняется условие

$$\left| \bar{C}_{доб} - \bar{C} - C_{доб} \right| \leq K_{доб} \cdot \bar{C} \quad (5)$$

При проведении внешнего контроля ( $P = 0,95$ ) значение  $K_{доб}$  вычисляют по формуле

$$K_{доб} = 0,015 \cdot \sqrt{C_{доб}^2} \cdot \bar{C}^2 \quad (6)$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности проводят повторные контрольные определения. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля погрешности (точности) устанавливает сама лаборатория с учетом фактического состояния работ. При замене оборудования, колонок, реактивов или при построении новой градуировочной зависимости проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

### 14.2 Контроль стабильности результатов измерений при реализации метода в лаборатории

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.

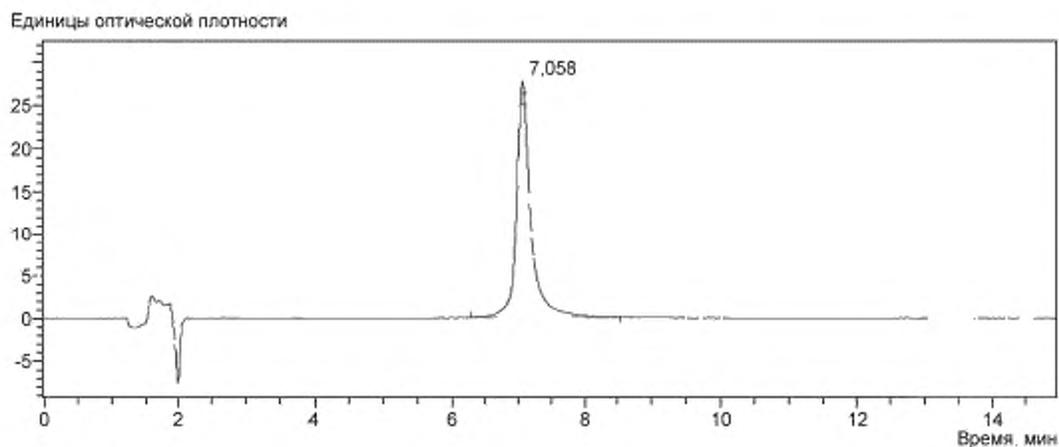
При неудовлетворительных результатах контроля (превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения) выясняют и устраняют причины этих отклонений.

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).

Приложение А  
(справочное)

## Хроматограмма стандартного раствора кверцетина

А.1 Хроматограмма стандартного раствора кверцетина с концентрацией  $0,024 \text{ мг/см}^3$  при длине волны  $\lambda = 370 \text{ нм}$  приведена на рисунке А.1.



7,058 — время удержания, мин

Рисунок А.1 — Хроматограмма стандартного раствора кверцетина с концентрацией  $0,024 \text{ мг/см}^3$  при длине волны  $\lambda = 370 \text{ нм}$

### Библиография

- [1] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»
- [2] ТР ТС 027/2012 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности отдельных видов специализированной пищевой продукции, в том числе диетического лечебного и диетического профилактического питания»
- [3] РМГ 76—2014 Рекомендации по межгосударственной стандартизации «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа»

---

УДК 613.2.099:615.1:543.05/07/08:006.354

ОКС 01.040.67

Ключевые слова: продукция пищевая специализированная, биологически активные добавки к пище, кверцетин, жидкостная хроматография, хроматограмма, обработка результатов измерений, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, оформление результатов, требования безопасности

---

Редактор *Е.В. Лукьянова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *Е.Р. Ароян*  
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 06.08.2018. Подписано в печать 28.11.2018. Формат 60 × 84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»  
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,  
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)