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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34795—
2021

Сидры и пуаре

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Метод определения отношения изотопов кислорода
 $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компоненты

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

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 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИПБиВП — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 ноября 2021 г. № 145-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2021 г. № 1553-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34795—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021



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, определения, обозначения и сокращения	2
4 Сущность метода	3
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы	3
6 Требования к квалификации оператора	4
7 Требования к условиям измерений	4
8 Отбор проб	4
9 Подготовка к выполнению измерений	4
10 Установление градуировочных характеристик	5
11 Выполнение измерений	5
12 Обработка результатов измерений	5
13 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	6
14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории	7
15 Требования безопасности	7
Приложение А (обязательное) Идентификационные диапазоны	8
Библиография	9

Сидры и пуаре

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Метод определения отношения изотопов кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компонентыSiders and poiret. Identification. Method for $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ isotope ratio determination of water component

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сидры, традиционные сидры, фруктовые сидры, традиционные фруктовые сидры, пуаре, традиционные пуаре и устанавливает метод определения отношения изотопов кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ (далее — $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$) водной компоненты в указанных продуктах.

Идентификация является обязательной частью процедур, проводимых согласно данному стандарту в отношении анализируемого образца. Идентификационные диапазоны отношения изотопов кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компоненты в сидрах, традиционных сидрах, фруктовых сидрах, традиционных фруктовых сидрах, пуаре, традиционных пуаре приведены в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.085 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

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. Классификация

ГОСТ 6709¹⁾ Вода дистиллированная. Технические условия

¹⁾ В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144.

ГОСТ 8050 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия
 ГОСТ 31730 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб
 ГОСТ 32095—2013 Продукция алкогольная и сырье для ее производства. Метод определения объемной доли этилового спирта
 ГОСТ 32777 Добавки пищевые. Натрия бензоат E211. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям 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 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **международный образец сравнения VSMOW2**: Изотопный состав кислорода среднеокеанической воды (Vienna Standard Mean Ocean Water 2), который представляет собой «Венский стандарт усредненной океанической воды 2».

Примечание — Образец сравнения VSMOW2 характеризуется однородным изотопным составом.

3.1.2 **международный образец сравнения USGS47**: Изотопный состав питьевой воды озера Луиза (United States Geological Survey 47 «Lake Louise Drinking Water»).

3.1.3 **международный образец сравнения SLAP2**: Изотопный состав воды атмосферных осадков Антарктиды (Standard Light Antarctica Precipitation 2).

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения и обозначения:

- МАГАТЭ — Международное агентство по атомной энергии (International Atomic Energy Agency/IAEA);

- $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ ¹⁾ — характеристика изотопного состава кислорода, определяемая как относительное отклонение изотопного отношения кислорода в анализируемой пробе от изотопного отношения кислорода в международном образце сравнения МАГАТЭ, ‰;

- программное обеспечение Delta V — программное обеспечение для масс-спектрометра Delta V (Thermo Scientific) (программный пакет Isodat 3.0 или аналогичное программное обеспечение).

¹⁾ Значение $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$, ‰, вычисляют по формуле

$$\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} = \frac{\left(\frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}}\right)_{\text{проба}} - \left(\frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}}\right)_{\text{VSMOW2}}}{\left(\frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}}\right)_{\text{VSMOW2}}} \cdot 1000, \quad (1)$$

где $\left(\frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}}\right)_{\text{VSMOW2}}$ — изотопное отношение кислорода с массами 18 и 16 в образце сравнения, равное $(0,00 \pm 0,02) \text{ ‰}$;

$\left(\frac{^{18}\text{O}}{^{16}\text{O}}\right)_{\text{проба}}$ — изотопное отношение кислорода с массами 18 и 16 в анализируемой пробе, ‰.

4 Сущность метода

Метод основан на изотопном уравнивании молекул кислорода водной компоненты анализируемого образца и кислорода молекул двуокиси углерода (CO_2) в смеси CO_2 —He.

Изотопное уравнивание происходит в закрытых крышками и предварительно продутых смесью CO_2 —He пробирках, вместимостью 12 см^3 , в которых находится 1 см^3 исследуемого образца. Пробирки помещают в термостат и оставляют их на 20 ч при температуре $24\text{ }^\circ\text{C}$ для уравнивания. В течение этого времени происходит изменение изотопного состава кислорода в молекулах CO_2 .

Газовая смесь с измененным изотопным составом кислорода в CO_2 «выдувается» потоком чистого гелия из пробирки, проходит через «ловушку» оставшихся паров воды типа «нафион» и поступает в петлю калиброванного объема. В следующем цикле работы GasBench II строго заданное петлей количество газа выдувается во вторую ловушку типа «нафион» и поступает в хроматографическую колонку, где происходит разделение газовой смеси на компоненты для последующего изотопного анализа в масс-спектрометре изотопных отношений. В источнике ионов масс-спектрометра молекулы CO_2 ионизируются методом электронного удара. Далее под воздействием магнитного поля происходит разделение полученных ионов CO_2 , помимо прочих, на $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ с массой 44 и $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ с массой 46, которые регистрируются на соответствующих коллекторах масс-спектрометра. Из отношения измеренных и зарегистрированных ионных токов с массами 46/44 с помощью программного обеспечения Delta V определяют отношение стабильных изотопов $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1 Масс-спектрометр изотопный Delta V с техническими характеристиками:

- диапазон массовых чисел, а. е. м., не уже, чем..... 1—70;
- чувствительность (молекул/ион), не более..... 1200;
- разрешающая способность $M/\Delta M$ (на уровне 10 % от максимальной интенсивности пика m/z 44), не менее..... 95.

GasBench II — универсальный он-лайн интерфейс, позволяющий осуществлять подготовку и ввод проб в изотопный масс-спектрометр и обеспечивающий воспроизводимость измерений $\delta^{18}\text{O}$ в процессе импульсной периодической инжекции референтного газа CO_2 не более 0,1 ‰. Воспроизводимость результатов — в соответствии с паспортом оборудования. СКО выходного сигнала GasBench II — ($\delta^{18}\text{O}$), ‰, не более 0,2.

Рабочая станция на основе персонального компьютера и программного обеспечения Delta V для управления системой подготовки и ввода проб, а также масс-спектрометром, регистрации и обработки результатов измерений.

Образцы сравнения, предоставляемые МАГАТЭ:

- VSMOW2, значение показателя $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ согласно спецификации на образец сравнения;
- SLAP2, значение показателя $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ согласно спецификации на образец сравнения;
- USGS47, значение показателя $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ согласно спецификации на образец сравнения.

Дозаторы одноканальные вместимостью 200 мм^3 .

Пробирки с пробками и резиновыми септами вместимостью 12 см^3 для автодозатора GC-PAL системы подготовки и ввода проб в изотопный масс-спектрометр.

Гелий газообразный высокой чистоты с объемной долей гелия не менее 99,9999 %.

Двуокись углерода газообразная и жидкая по ГОСТ 8050.

Стандартный образец состава CO_2 в гелии, объемная доля CO_2 — 0,5 %. СКО стандартного образца смеси — (CO_2 —He), ‰, не более 0,01.

Натрия бензоат по ГОСТ 32777.

Калия сорбат (Е202) соответствующий требованиям [1] или нормативным правовым актам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.2 Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных в 5.1.

6 Требования к квалификации оператора

К работе на масс-спектрометре допускают лиц с высшим образованием, имеющих квалификацию не ниже инженера, прошедших соответствующий курс обучения и изучивших инструкцию по эксплуатации масс-спектрометра.

7 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C..... от 20 до 27;
- относительная влажность воздуха, %..... от 20 до 70;
- атмосферное давление, кПа..... от 84,0 до 106,7;
- напряжение переменного тока, В..... 220^{+22}_{-33} ;
- частота переменного тока, Гц..... (50 ± 1) ;
- наличие бесперебойного электропитания масс-спектрометра и всего оборудования, обеспечивающего его работу..... обязательно
- наличие кондиционирования воздуха..... обязательно.

8 Отбор проб

Отбор проб сидров, традиционных сидров, фруктовых сидров, традиционных фруктовых сидров, пуаре, традиционных пуаре — по ГОСТ 31730. Для исключения забраживания в анализируемую пробу добавляют бензоат натрия или сорбат калия (E202) из расчета 1 г/дм³.

Образцы с повышенным содержанием CO₂ предварительно освобождают от CO₂. Избыток CO₂ удаляют в соответствии с ГОСТ 32095—2013 (раздел 6).

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

9.2 Устанавливают давление газов при подаче на универсальный интерфейс GasBench II:

- гелия (He)..... $4 \cdot 10^5$ Па;
- референтного газа (CO₂)..... $4 \cdot 10^5$ Па;
- аналитической газовой смеси (CO₂—He)
для изотопного уравнивания..... $4 \cdot 10^5$ Па.

9.3 С помощью одноканального дозатора вместимостью 200 мм³ отбирают 200 мкл исследуемого образца и переносят в специальную пробирку с герметичными пробками и резиновыми септами вместимостью 12 см³.

9.4 Пробирку герметично укупоривают пробкой с резиновой септой и устанавливают в термостат автодозатора GasBench II (температура термостата должна составлять 24 °C).

9.5 При помощи иглы автодозатора атмосферу пробирки продувают в течение 450 с потоком газовой смеси со скоростью 150 см³/мин.

9.6 Для измерения отношения изотопов кислорода ¹⁸O/¹⁶O пробирку с образцом выдерживают в термостате автодозатора GasBench II в течение 20 ч при температуре 24 °C (для изотопного уравнивания между атомами кислорода водной компоненты анализируемого образца и кислорода CO₂ смеси CO₂—He. В результате обмена изотопный состав кислорода CO₂ в пробирке «принимает» значение изотопного состава кислорода водной компоненты анализируемого образца, так как количество молекул кислорода в газе меньше количества молекул кислорода водной компоненты анализируемого образца, которые участвуют в процессе обмена).

9.7 Установленное значение отношения изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ в референтном газе CO₂ вводят в базу стандартов программного комплекса ISODAT.

10 Установление градуировочных характеристик

Для установления градуировочных характеристик используют международные образцы сравнения. Градуировочные характеристики устанавливают перед выполнением измерений.

Для определения изотопного отношения кислорода используют международные образцы сравнения VSMOW2, USGS47 и SLAP2.

Результаты измерений обрабатывают автоматически с помощью программного обеспечения, градуировочные коэффициенты уравнения $y = ax + b$ для каждого изотопного отношения сохраняются в памяти компьютера и используются для дальнейших измерений.

Градуировочная зависимость считается приемлемой, если выполняется условие $R^2 \geq 0,995$, где R^2 — рассчитанный программным обеспечением квадрат коэффициента корреляции.

11 Выполнение измерений

Используя программу Isodat 3.0 для управления вводом проб последовательно вводят 10 проб. Первые три пробы серии являются международными образцами сравнения, остальные — исследуемыми пробами. Выполняют по три параллельных определения каждого образца. Измерение значений показателя $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ проходит последовательно, начиная с международных образцов сравнения.

Для проверки стабильности работы прибора вводят последовательно 10 равных объемов референтного газа в источник ионов через GasBench. Значение стандартного отклонения при измерении 10 значений $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$ для референтного газа CO_2 не должно превышать 0,1 ‰.

12 Обработка результатов измерений

12.1 Отношение стабильных изотопов кислорода каждого образца $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$, ‰, вычисляют по формуле

$$\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} = ax + b, \quad (2)$$

где a , b — коэффициенты из уравнения градуировочных характеристик (раздел 10);

x — фактически измеренное отношение $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$, ‰.

12.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{3 \cdot |\delta^{18}\text{O}_{\text{max}} - \delta^{18}\text{O}_{\text{min}}| \cdot 100}{(\delta^{18}\text{O}_1 + \delta^{18}\text{O}_2 + \delta^{18}\text{O}_3)} \leq CR(n)_{0,95}, \quad (3)$$

где $\delta^{18}\text{O}_{\text{max}}$, $\delta^{18}\text{O}_{\text{min}}$ — максимальное и минимальное значения из полученных трех результатов параллельных определений отношения изотопов кислорода, ‰;

$\delta^{18}\text{O}_1$, $\delta^{18}\text{O}_2$, $\delta^{18}\text{O}_3$ — результаты параллельных определений отношения изотопов кислорода, промилле, ‰;

$CR_{0,95}(n)$ — значение критического диапазона отношения изотопов кислорода, % (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Показатели точности измерений

Диапазон измерений отношения изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компоненты сидров (пуаре), ‰	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Значение критического диапазона, $CR_{0,95}(n)$, %, $P = 0,95$, $n = 3$
От минус 30 до минус 3,0 включ.	12	4	16	13
Св. минус 3,0 до минус 0,50 включ.	24	8	12	26

Окончание таблицы 1

Диапазон измерений отношения изотопов кислорода $\delta^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компоненты сидров (пуаре), ‰	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Значение критического диапазона, $CR_{0,95}(n)$, %, $P = 0,95$, $n = 3$
Св. минус 0,50 до 0,50 включ.	45	15	22	50
Св. 0,50 до 1,0 включ.	24	8	12	26
Св. 1,00 до 10 включ.	12	4	6	13

12.3 Если условие (3) не выполняется, получают еще один результат в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |\delta^{18}\text{O}_{\max} - \delta^{18}\text{O}_{\min}| \cdot 100}{(\delta^{18}\text{O}_1 + \delta^{18}\text{O}_2 + \delta^{18}\text{O}_3 + \delta^{18}\text{O}_4)} \leq CR(n)_{0,95}, \quad (4)$$

где $\delta^{18}\text{O}_{\max}$, $\delta^{18}\text{O}_{\min}$ — максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений отношения изотопов кислорода, промилле, ‰;

$CR_{0,95}(n)$ — значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и n — результатов определений, вычисляемое по формуле

$$CR_{0,95}(n) = f(n) \sigma_r.$$

Для $n = 4$:

$$CR_{0,95}(n) = 3,6 \sigma_r \quad (5)$$

где σ_r — показатель повторяемости измерений отношения изотопов кислорода, % (таблица 1).

Если условие (4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

12.4 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}}, \text{ при } P = 0,95;$$

где $\overline{\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}}$ — среднее арифметическое результатов n определений отношения изотопов кислорода, соответственно, признанных приемлемыми по 12.2, 12.3, ‰;

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности измерений отношения изотопов кислорода, % (таблица 1).

В случае если отношение изотопов ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, осуществляют следующую запись в журнале:

«отношение изотопов кислорода менее минус 30 ‰ (более 10 ‰)».

13 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сравнительных испытаниях.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2 \cdot |X_{\text{ср1}} - X_{\text{ср2}}| \cdot 100}{(X_{\text{ср1}} + X_{\text{ср2}})} \leq CD_{0,95}, \quad (6)$$

где $X_{\text{ср1}}$, $X_{\text{ср2}}$ — средние арифметические значения отношения изотопов кислорода, полученные в первой и второй лабораториях, ‰;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для отношения изотопов кислорода, ‰, вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right)}, \quad (7)$$

где R — предел воспроизводимости ($R = 2,8 \cdot \sigma_R$) (таблица 1), %;

r — предел повторяемости (таблица 1), %.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проведенных двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение.

14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности выполняют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины данных отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

15 Требования безопасности

15.1 Требования безопасности должны соответствовать положениям, изложенным в руководстве по эксплуатации масс-спектрометра.

15.2 При выполнении анализов соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

15.3 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

15.4 Запрещается включать в сеть и работать на масс-спектрометре без заземления. Недопустимо использование для заземления нулевой фазы электропитания.

15.5 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

15.6 Организация обучения персонала безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

15.7 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

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

15.9 При эксплуатации сжатых газов соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.2.085.

Приложение А
(обязательное)

Идентификационные диапазоны

При интерпретации результатов измерений, полученных по методу определения отношения изотопов кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ водной компоненты, руководствуются идентификационными диапазонами в соответствии с таблицей А.1.

Т а б л и ц а А.1 — Идентификационные диапазоны

Наименование продукции	Идентификационные диапазоны, ‰
Сидры: - приготовленные из восстановленного яблочного сока - приготовленные из свежего яблочного сока - традиционные	$\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} < \text{минус } 5,5$ $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} > \text{минус } 5,5$ $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} > \text{минус } 5,5$
Пуаре: - приготовленные из восстановленного грушевого сока - приготовленные из свежего грушевого сока - традиционные	$\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} < \text{минус } 5,5$ $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} > \text{минус } 5,5$ $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} > \text{минус } 5,5$
Сидры фруктовые: - приготовленные из восстановленного фруктового сока - приготовленные из свежего фруктового сока - традиционные	$\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} < \text{минус } 5,5$ $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} > \text{минус } 5,5$ $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}} > \text{минус } 5,5$

Библиография

- [1] Технический регламент Таможенного союза Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов
ТР ТС 029/2012 и технических вспомогательных средств

Ключевые слова: сидры, пуаре, водная компонента, изотопный состав, международные образцы сравнения, $\delta^{18}\text{O}_{\text{VSMOW2}}$, отношение стабильных изотопов кислорода $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$, масс-спектрометрия, обработка результатов, контроль точности результатов, приемлемость результатов измерений, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности, требования безопасности

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 26.11.2021. Подписано в печать 27.12.2021. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч-изд. л. 1,58.

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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

