

Spis treści

Przedmowa

- 1 Zakres normy
- 2 Powołania normatywne
- 3 Zasada metody
- 4 Odczynniki
 - 4.1 Postanowienia ogólne
 - 4.2 Roztwór węglanu sodu, stężenie masowe, $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) \approx 15 \text{ g/l}$
 - 4.3 Kwas octowy, stężenie objętościowe, $\varphi(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 98 \%$
 - 4.4 Siarczan sodu bezwodny
 - 4.5 Woda o pH 4,0
 - 4.6 Etanol bezwodny, $\varphi(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}) \geq 99,7 \%$
 - 4.7 Octan etylu
 - 4.8 Kwas nadchlorowy, $\varphi(\text{HClO}_4) = 60 \%$
 - 4.9 Acetonitryl
 - 4.10 Roztwór endogalakturnazy, o typowej aktywności 1 400 U/g
 - 4.11 Faza ruchoma do HPLC
 - 4.12 Podstawowy roztwór patuliny
 - 4.13 Roztwór wzorcowy patuliny
 - 4.14 Roztwór wzorcowy patuliny do kalibracji
- 5 Aparatura
 - 5.1 Postanowienia ogólne
 - 5.2 Pipety tłokowe, pojemności 5 ml i 1 ml, 200 μl i 50 μl z odpowiednimi końcówkami
 - 5.3 Waga analityczna
 - 5.4 Spektrofotometr UV, dwuwiązkowy z możliwością zapisu i pomiaru w zakresie od 250 nm do 350 nm
 - 5.5 Kuwety kwarcowe, o długości drogi optycznej 1 cm
 - 5.6 Wirówka z możliwością pracy przy 4 500 g
 - 5.7 Probówki do wirówki, pojemności 50 ml, z zamknięciem gwintowym
 - 5.8 Wyparka rotacyjna, z łaźnią wodną ustawioną na temperaturę 40 °C
 - 5.9 Bibuła filtracyjna, o wielkości porów od 20 μm do 25 μm
 - 5.10 Jednorazowe filtry strzykawkowe, o wielkości porów 0,2 μm (opcjonalnie)
 - 5.11 Wysokosprawny chromatograf cieczowy
 - 5.12 Kolby okrągłodenne, pojemności 250 ml ze szlifem
- 6 Sposób postępowania
 - 6.1 Przygotowanie próbek do badań
 - 6.2 Ekstrakcja patuliny
 - 6.3 Usuwanie składników przeszkadzających o charakterze kwaśnym
 - 6.4 Przygotowanie roztworu próbki badanej
- 7 Fortyfikacja próbek
 - 7.1 Klarowny sok jabłkowy
 - 7.2 Mętny sok jabłkowy
 - 7.3 Przecier jabłkowy
- 8 Oznaczanie metodą HPLC
 - 8.1 Krzywa wzorcowa
 - 8.2 Warunki wysokosprawnej chromatografii cieczowej
- 9 Obliczanie

- 10 **Precyzja**
- 10.1 **Badanie międzylaboratoryjne**
- 10.2 **Powtarzalność**
- 10.3 **Odtwarzalność**
- 10.4 **Sprawozdanie z badań**

Załącznik A (informacyjny) Dane dotyczące precyzji

Bibliografia