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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO 13496— 2024**

# МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

## Обнаружение и определение красителей

**(ISO 13496:2021, IDT)**

**Издание официальное**

**Москва**
**Российский институт стандартизации**
**2026**

gost.e-ecolog.ru

## 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 Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 29 февраля 2024 г. № 170-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 | Узбекское агентство по техническому регулированию |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2025 г. № 1548-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 13496—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2026 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13496:2021 «Meat and meat products — Detection and determination of colouring agents» («Мясо и мясные продукты. Обнаружение и определение красителей», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», Подкомитетом SC 6 «Мясо, птица, рыба, яйца и продукты их переработки».

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 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»*

© ISO, 2021
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026



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 . . . . . 2
3 Термины и определения . . . . . 2
4 Сущность метода . . . . . 2
5 Отбор пробы . . . . . 2
6 Подготовка испытательного образца . . . . . 2
7 Метод испытаний тонкослойной хроматографией . . . . . 2
8 Метод испытания с применением ВЭЖХ . . . . . 5
9 Протокол испытаний . . . . . 8
Приложение А (справочное) Синонимы и идентификационные номера синтетических водорастворимых красителей . . . . . 9
Приложение В (обязательное) Возможное взаимное влияние красителей . . . . . 10
Приложение С (справочное) Спектры поглощения . . . . . 11
Приложение D (справочное) Хроматограмма и длина волны . . . . . 13
Приложение Е (справочное) Межлабораторные испытания . . . . . 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам . . . . . 56
Библиография . . . . . 57

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й  С Т А Н Д А Р Т

# МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

## Обнаружение и определение красителей

Meat and meat products. Detection and determination of colouring agents

**Дата введения — 2026—03—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения синтетических красителей методом тонкослойной хроматографии и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) в мясе и в мясных продуктах.

Настоящий стандарт устанавливает метод ВЭЖХ в качестве референтного метода.

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты, включая продукты животноводства и птицеводства.

Методом с применением тонкослойной хроматографии можно определить следующие красящие вещества:

- тартразин (TARTRAZINE);
- желтый хинолиновый (QUINOLINE YELLOW);
- желтый «солнечный закат» FCF (PONCEAU 4R);
- амарант;
- понсо 4R (PONCEAU 4R);
- эритрозин;
- синий патентованный V (PATENT BLUE V);
- индигокармин (INDIGOTINE);
- черный блестящий PN (BRILLIANT BLACK PN);
- черный 7984;
- зеленый прочный FCF (FAST GREEN FCF);
- синий VRS.

Синонимы и идентификационные номера этих красителей приведены в приложении А. Растительные красители и растительные экстракты, не препятствующие обнаружению с помощью данного метода, приведены в приложении В. Натуральные красители, которые в ряде случаев могут препятствовать обнаружению по данному методу, приведены в приложении В.

Метод с использованием ВЭЖХ позволяет обнаружить следующие красящие вещества:

- тартразин (TARTRAZINE);
- амарант;
- понсо 4R (PONCEAU 4R);
- желтый «солнечный закат» FCF (PONCEAU 4R);
- эритрозин;
- красный очаровательный AC (ALLURA RED AC);
- синий блестящий FCF (BRILLIANT BLUE FCF);
- новый красный;
- кармуазин (AZORUBINE);
- индигокармин (INDIGOTINE).

Хроматограммы данных эталонов красителей приведены в приложении D.

**Издание официальное**

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования)

ISO 4793, Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation (Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости, классификация и обозначение)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **обнаружение красителей** (detection of colouring agents): Определение присутствия или отсутствия красителей в соответствии с методом, указанным в настоящем стандарте.

## 4 Сущность метода

### 4.1 Тонкослойная хроматография

Красители экстрагируют из пробы горячей водой и адсорбируют на порошке полиамида. Экстрагированные красители очищают колоночной хроматографией и элюируют с колонки. Красящие вещества идентифицируют методом тонкослойной хроматографии.

### 4.2 ВЭЖХ

Красители экстрагируют из образца горячей водой и адсорбируют на порошке полиамида. Экстрагированные красители вводят в колонку и хроматографируют в ВЭЖХ в обращенной фазе (ОФ). Красители идентифицируют по времени удерживания и количественно определяют методом сравнения с эталоном.

## 5 Отбор пробы

Проба должна быть репрезентативна, без повреждений или изменений во время транспортирования или хранения.

Масса репрезентативной пробы должна быть не менее 200 г. При хранении пробы не допускается ее порча и изменение состава.

## 6 Подготовка испытательного образца

Лабораторную пробу гомогенизируют с помощью соответствующего оборудования (согласно 7.2.1). Температура материала пробы не должна превышать 25 °С. При использовании мясорубки пробу необходимо измельчить не менее двух раз.

Подготовленную пробу помещают в соответствующую герметичную емкость. Емкость закрывают крышкой и оставляют на хранение. При хранении не допускается порча и изменение состава пробы. Анализ пробы проводят в течение 24 ч после гомогенизации.

## 7 Метод испытаний тонкослойной хроматографией

### 7.1 Реактивы

Используют только реагенты признанной аналитической чистоты.

7.1.1 Вода соответствующей степени чистоты не ниже 3 согласно ISO 3696.

7.1.2 Петролейный эфир, диапазон кипения от 40 °С до 60 °С.

7.1.3 Метанол.

7.1.4 Аммиак, 25 %-ный водный раствор, р 20 = 0,910 г/мл.

7.1.5 Уксусная кислота, массовая доля 100 %, р 20 = 1050 г/мл.

7.1.6 Цитрата натрия дигидрат.

7.1.7 Пропан-1-ол.

7.1.8 Этилацетат.

7.1.9 2-метил-2-пропанол.

7.1.10 Пропионовая кислота.

7.1.11 Элюент для колоночной хроматографии.

Смешивают 95 объемов метанола (согласно 7.1.3) с пятью объемами раствора аммиака (согласно 7.1.4).

7.1.12 Уксусная кислота, 50 %-ный раствор в метаноле.

Смешивают один объем уксусной кислоты (согласно 7.1.5) с одним объемом метанола (согласно 7.1.3).

7.1.13 Полиамидный порошок с размером частиц от 0,05 до 0,16 мм.

7.1.14 Песок мелкозернистый, промытый соляной кислотой, нейтрализованный и прокаленный.

7.1.15 Стандарты красителей.

Чистота стандартов красителей может варьироваться. Необходимо учитывать чистоту красителей, которые будут использоваться в качестве стандартов. Чистота должна определяться методом, приведенным в [5].

Примечание — Сертифицированные пищевые красители также могут использоваться в качестве эталонов.

7.1.16 Стандартные растворы для тонкослойной хроматографии.

Стандартные водные растворы каждого стандартного красителя (согласно 7.1.15) с содержанием стандартного красителя около 1 г/л готовят отдельно.

Изготавливают растворы индигокармина в день использования. Другие растворы могут хранится не более трех месяцев (растворы эритрозина — в течение одного месяца) в темноте.

7.1.17 Элюент для тонкослойной хроматографии: раствор I.

Взвешивают с точностью до 0,1 г 25 г тринатрийцитрата дигидрата (согласно 7.1.6) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл. Растворяют в воде, доводят до метки водой и перемешают.

Смешивают 80 объемов этого раствора цитрата с 20 объемами раствора аммиака (согласно 7.1.4) и 12 объемами метанола (согласно 7.1.3).

Во избежание или уменьшение помехи от сафлора либо шафрана рекомендуется использовать хроматографический раствор II (согласно 7.1.18).

7.1.18 Элюент для тонкослойной хроматографии: раствор II.

Смешивают шесть объемов 1-пропанола (согласно 7.1.7) с одним объемом этилацетата (согласно 7.1.8) и тремя объемами воды.

7.1.19 Элюент для тонкослойной хроматографии: раствор III.

Смешивают 50 объемов 2-метил-2-пропанола (согласно 7.1.9) с 12 объемами пропионовой кислоты (согласно 7.1.10) и 38 объемами воды.

### 7.2 Средства измерений, аппаратура, материалы

Используют лабораторное оборудование, в частности, следующее:

7.2.1 Механическое или электрическое оборудование для гомогенизации, способное гомогенизировать лабораторную пробу. Используют высокоскоростной ротационный нож или мясорубку, снабженную пластиной с отверстиями диаметром не более 4,0 мм.

7.2.2 Центрифужные пробирки.

7.2.3 Колбы плоскодонные вместимостью 250 мл с притертыми стеклянными пробками.

7.2.4 Круглодонные колбы вместимостью 100 мл с притертым стеклянным соединением.

7.2.5 Центрифуга, обеспечивающая радиальное ускорение примерно 2000 $g_n$.

7.2.6 Роторный испаритель.

7.2.7 Хроматографическая колонка из стекла, с фильтром из фритты и краном, длиной около 20 см, диаметром около 30 мм, размером пор фильтра от 40 до 100 мкм (степень пористости P 100 по ISO 4793). Помещают в колонку немного стекловаты и добавляют от 1 до 2 г песка (согласно 7.1.14).

7.2.8 Пластмассовый контейнер вместимостью около 10 мл с крышкой.

7.2.9 Тонкослойные пластины, покрытые слоем порошка целлюлозы толщиной 0,10 мм или эквивалентным.

Допускается использовать готовые пластины.

7.2.10 Микропипетки вместимостью около 5 мкл.

7.2.11 pH-метр с точностью до 0,1 единицы pH.

7.2.12 Фен.

### 7.3 Процедура

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Если образец содержит индигокармин, температура в любой момент анализа не должна превышать 35 °С. Индигокармин частично разлагается в хроматографическом растворе I, поэтому следует использовать хроматографический раствор II.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Эритрозин чувствителен к свету. При перерывах в ходе анализа растворы и посуду хранят в темноте. То же самое относится и к индигокармину.

#### 7.3.1 Подготовка пробы для испытаний

Взвешивают с точностью до 0,1 г 5 г подготовленной пробы для испытаний (см. раздел 6) в центрифужную пробирку (согласно 7.2.2).

Для жиросодержащих проб действуют в соответствии с 7.3.2.

Для проб, не содержащих жир, действуют в соответствии с 7.3.3.

#### 7.3.2 Жиросодержащие пробы

Добавляют около 20 мл петролейного эфира (согласно 7.1.2) в центрифужную пробирку и перемешивают стеклянной палочкой. Декантируют петролейный эфир.

Повторяют эту процедуру три раза.

#### 7.3.3 Пробы, не содержащие жир

Добавляют 25 мл кипятка (см. предупреждение выше) и перемешивают. Добавляют 25 мл элюирующего раствора (согласно 7.1.11).

С помощью pH-метра (согласно 7.2.11) проверяют, находится ли pH в интервале (9 ± 0,5). Если pH выходит за указанный интервал, регулируют pH уксусной кислотой (согласно 7.1.5) или раствором аммиака (согласно 7.1.4).

Тщательно перемешивают. Охлаждают пробу в морозильной камере в течение 15 мин (для предотвращения помутнения).

Центрифугируют (согласно 7.2.5) в течение 10 мин при радиальном ускорении около 2000 $g_n$.

Сливают прозрачный раствор в плоскодонную колбу (согласно 7.2.3). В случае индигокармина используют круглодонную колбу (согласно 7.2.4).

Добавляют 5 мл воды в центрифужную пробирку с остатком. Перемешивают и добавляют 10 мл элюирующего раствора (согласно 7.1.11). Перемешивают и отцентрифугируют, как описано выше.

Повторяют процедуру до тех пор, пока весь краситель не будет извлечен из пробы, затем объединяют все экстракты.

Объединенные экстракты выпаривают на водяной бане примерно до 25 мл, для удаления метанола. В случае индигокармина используют круглодонную колбу (согласно 7.2.4) и роторный испаритель (согласно 7.2.6) при температуре 35 °С.

Добавляют 25 мл кипящей воды (см. предупреждения) и перемешивают.

#### 7.3.4 Перенос красителей на полиамидный порошок

С помощью уксусной кислоты (согласно 7.1.5) или раствора аммиака (согласно 7.1.4) доводят pH до значения от 4 до 5.

Добавляют 1 г полиамидного порошка (согласно 7.1.13) в теплый раствор (см. предупреждения). Энергично встряхивают в течение 1 мин.

Дают порошку образовать осадок.

Проверяют, не осталось ли в растворе красителя. Если раствор окрашен, добавляют еще немного порошка полиамида и энергично встряхивают.

Примечание — Некоторые натуральные красители (см. приложение В) не полностью абсорбируются полиамидным порошком, оставляя раствор окрашенным, даже если все синтетические красители были полностью абсорбированы. Обычно по типу образца можно решить, присутствуют ли такие натуральные красители.

Встряхивают и переносят теплую суспензию на хроматографическую колонку (согласно 7.2.7).

Промывают плоскодонную колбу тремя порциями по 10 мл горячей воды (см. предупреждения) и добавляют промывные жидкости порциями в колонку. Промывают колонку еще три раза порциями по 10 мл горячей воды (см. предупреждения) и три раза 5 мл метанола (согласно 7.1.3). Если элюируются естественные красители, продолжают промывать колонку метанолом до тех пор, пока элюированный метанол не станет бесцветным.

**7.3.5 Элюирование и концентрирование выделенных красителей**

Помещают колбу (согласно 7.2.4) под колонку и элюируют красители из полиамидного порошка порциями по 5 мл элюирующего раствора (согласно 7.1.11) при объемной скорости элюирования 2 мл/мин до тех пор, пока полиамид не станет бесцветным.

Выпаривают элюат досуха с помощью испарителя (согласно 7.2.6) при температуре не выше 35 °С (см. предупреждения).

Добавляют 1,0 мл или 2,0 мл элюирующего раствора (согласно 7.1.11) в зависимости от количества красителей и растворяют остаток. Переносят раствор красителей в пластиковый контейнер (согласно 7.2.8).

**7.3.6 Разделение с помощью тонкослойной хроматографии**

7.3.6.1 Пластины со стандартными растворами

Подготавливают три стандартных эталонных тонкослойных хроматографических пластины. С помощью микропипетки (согласно 7.2.10) наносят каплю примерно 5 мкл (диаметр, d < 5 мм) каждого стандартного раствора (согласно 7.1.16) отдельно на каждую пластину (согласно 7.2.9). Проявляют их отдельно, по одному с каждым хроматографическим элюентом (согласно 7.1.17, 7.1.18 и 7.1.19) в ненасыщенном резервуаре, пока фронт растворителя не окажется на расстоянии примерно от 10 до 12 см от начальной линии. Вынимают пластины из бака и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу или под вытяжкой. Хранят пластины в темном месте. Полученные образцы красителей, за исключением пятна индигокармина, могут храниться в течение нескольких лет.

7.3.6.2 Образцы

Используя микропипетку (согласно 7.2.10), наносят на тонкослойную пластину (согласно 7.2.9) едва видимое количество раствора пробы (согласно 7.3.5). Высушивают с помощью фена. В случае с индигокармином высушивают на воздухе.

Развитие хроматограммы на пластинке проводят в ненасыщенной камере до высоты от 10 до 12 см, используя подходящий раствор для хроматографии (см. 7.1.17, 7.1.18 или 7.1.19), то есть тот раствор, который обеспечивает наилучшее разделение красителей, обнаруженных в пробе (см. пункт 1). В некоторых случаях для получения наилучшего разделения может потребоваться приготовление второй пластинки с пробой и развитие хроматограммы с одним из двух других элюентов.

Вынимают пластинку из камеры и сушат на воздухе в вытяжном шкафу.

Сравнивают пятна на пластине с пробой с пятнами на соответствующих пластинах со стандартными растворами (см. 7.3.6.1).

В случае смесей красителей рекомендуется применять разные количества растворов образцов, поскольку красители могут присутствовать в растворе в различных концентрациях.

При неправильной очистке могут возникнуть образование размытых пиков (отходы, тяжелые фракций), в этом случае снова адсорбируют краситель с помощью адсорбента, промывают горячей водой и удаляют адсорбент, как описано выше.

**7.3.7 Подтверждение**

Идентичность красителей подтверждают хроматографией концентрата (согласно 7.3.6.2) в смеси стандартов для красителей, идентифицированных на первой хроматограмме.

В случае сомнения краситель с пластины элюируют нейтральным раствором (вода или этанол либо раствор ацетата аммония 0,2 г/л), кислотой (0,1 моль/л соляной кислоты) и щелочью (0,1 моль/л раствора гидроксида натрия) и сравнивают спектр поглощения красителя со спектром стандарта. Спектры поглощения приведены в приложении С.

## 8 Метод испытания с применением ВЭЖХ

### 8.1 Реактивы

Используют только реагенты признанной аналитической чистоты, если не указано иное.

8.1.1 Ацетонитрил, качество ВЭЖХ.

8.1.2 Ацетат аммония.

8.1.3 Раствор ацетата аммония (0,02 моль/л). Взвешивают 1,54 г ацетата аммония (согласно 8.1.2), добавляют соответствующую воду для растворения и разбавляют водой до 1000 мл. Фильтруют через микропористую мембрану 0,45 мкм (согласно 8.2.2).

8.1.4 Метанол, 10 %-ный раствор в воде. Смешивают 10 объемов метанола (согласно 7.1.3) с 90 объемами воды (согласно 7.1.1).

8.1.5 Стандартные растворы (1 мг/мл). Отдельно готовят растворы в 10 %-ном метаноле (согласно 8.1.4) каждого стандартного красителя (согласно 7.1.15) с содержанием стандартного красителя около 1 мг/мл.

8.1.6 Рабочие стандартные растворы (50 мкг/мл). Разбавляют исходные растворы с концентрацией 1 мг/мл (согласно 8.1.5) в 20 раз 10 % метанолом (согласно 8.1.4) и фильтруют через микропористую мембрану 0,45 мкм (согласно 8.2.2).

### 8.2 Средства измерений, аппаратура, материалы

Следует использовать соответствующее лабораторное оборудование, в частности, следующее.

8.2.1 Хроматографическая система для ВЭЖХ с термостатом колонки и детектором УФ/видимого или диодного матричного детектора.

8.2.2 Микрофильтры с мембранами (диаметр пор: 0,45 мкм).

8.2.3 Колонка хроматографическая С18.

8.2.4 Фен.

### 8.3 Процедура

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Если образец содержит индигокармин, температура в любой момент анализа не должна превышать 35 °С.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Эритрозин чувствителен к свету. При перерывах в ходе анализа растворы хранят в темном месте. То же самое относится и к индигокармину.

**8.3.1 Подготовка пробы для испытаний**

Взвешивают с точностью до 0,001 г 5 г подготовленной пробы для испытаний (согласно разделу 6) и помещают в центрифужную пробирку (согласно 7.2.2).

Для жиросодержащих проб действуют в соответствии с 8.3.2.

Для проб, не содержащих жир, действуют в соответствии с 8.3.3.

**8.3.2 Жиросодержащие пробы**

В соответствии с 7.3.2.

**8.3.3 Пробы, не содержащие жир**

В соответствии с 7.3.3.

**8.3.4 Перенос красителей на полиамидный порошок**

В соответствии с 7.3.4.

**8.3.5 Элюирование и концентрирование выделенных красителей**

Помещают колбу (согласно 7.2.4) под колонку и элюируют красители из полиамидного порошка порциями по 5 мл элюирующего раствора (согласно 7.1.11) при объемной скорости элюирования 2 мл/мин до тех пор, пока полиамид не станет бесцветным.

Выпаривают элюат досуха с помощью испарителя (согласно 7.2.6) при температуре не выше 35 °С (см. предупреждения).

Добавляют 1,0 мл или 2,0 мл воды (согласно 7.1.1) в зависимости от объема и количества красителей и растворяют остаток. Раствор с красителями фильтруют через микропористую мембрану 0,45 мкм (согласно 8.2.2) для введения в хроматографическую систему ВЭЖХ (согласно 8.2.1).

**8.3.6 Анализ с применением ВЭЖХ**

8.3.6.1 Условия определения методом ВЭЖХ.

Применяют следующие условия определения.

a) Колонка: С18 (5 мкм, 4,6 × 250 мм).

b) Подвижная фаза:

A: 0,02 моль/л раствор ацетата аммония (согласно 8.1.3);

B: ацетонитрил (согласно 8.1.1), градиент элюирования см. в таблице 1.

c) Температура колонки: 35 °С.

d) Скорость ввода: 1,0 мл/мин.

e) Объем вводимой пробы: 20 мкл.

f) Диапазон длин волн детектора с диодной матрицей: от 400 до 800 нм или длина волны обнаружения УФ-детектора: см. приложение D.

Таблица 1 — Градиент элюирования

| Время, мин | Фаза А, % | Фаза В, % |
|---|---|---|
| 0 | 95 | 5 |
| 3 | 65 | 35 |
| 7 | 0 | 100 |
| 10 | 0 | 100 |
| 10,1 | 95 | 5 |
| 21 | 95 | 5 |

8.3.6.2 Определение

Если при проведении хроматографического анализа в описанных выше условиях получены пики веществ, совпадающие по временам удерживания стандартных веществ, можно предположить, что образец содержит синтетические пигменты. Хроматограмма смеси синтетических пигментов приведена в приложении D. Количественное определение пигментов проводится методом внешней калибровки с использованием калибровочной кривой. Величина отклика синтетического пигмента при проведении анализа должна находиться в диапазоне линейности используемого детектора.

8.3.6.3 Параллельное испытание

В соответствии с описанной выше процедурой тот же образец испытывают в параллельном испытании.

8.3.6.4 Контрольное испытание

За исключением взвешивания образца, следуют процедуре, описанной выше.

### 8.4 Расчет

Количество красителя рассчитывают по формуле (1):

$$X = \frac{C \cdot V}{m}, \quad (1)$$

где $X$ — содержание красителя в образце, милиграммы на килограмм (мг/кг);

$C$ — концентрация красителя в растворе пробы, миллиграммы на литр (мг/л);

$V$ — конечный разбавленный объем раствора пробы в миллилитрах (мл);

$m$ — масса образца, граммы (г).

Результат вычитают из пустого значения.

Выражают результат расчета как среднее арифметическое двух отдельных результатов испытаний, полученных в повторяющихся условиях. Выражают результаты до двух значащих цифр. Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении Е.

### 8.5 Прецизионность

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытаний, полученными в повторяющихся условиях, не должна превышать 10 % среднего арифметического результатов испытаний.

### 8.6 Предел обнаружения (LOD) и предел количественного определения (LOQ)

Для тартразина, амаранта, понсо 4R, желтого «солнечного заката» FCF, эритрозина, аллюры красного АС, блестящего синего FCF, нового красного, кармуазина и индигокармина LOD составляет 0,15 мг/кг, а LOQ составляет 0,5 мг/кг.

## 9 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны:

- вся информация, необходимая для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб, если он известен;
- использованный метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт, включая год его публикации;
- все рабочие детали, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями любых инцидентов, которые могли повлиять на результат испытаний;
- полученный результат испытаний, включая ссылку на пункт, объясняющий, как были рассчитаны результаты;
- дата испытания.

## Приложение А
## (справочное)

## Синонимы и идентификационные номера синтетических водорастворимых красителей

Таблица А.1 — Синонимы и идентификационные номера синтетических водорастворимых красителей

| Имя | Синоним 1 | Синоним 2 | C.I.[a] | № E[b] | № CAS[d] |
|---|---|---|---|---|---|
| Тартразин | FD&C желтый № 5 | — | 19140 | E 102 | 1934-21-0 |
| Желтый хинолиновый | — | — | 47005 | E 104 | 8004-92-0 |
| Желтый «солнечный закат» FCF | FD&C Желтый № 6 | — | 15985 | E 110 | 2783-94-0 |
| Амарант | FD&C Красный № 2 | Нафтол красный S | 16185 | E 123 | 915-67-3 |
| Понсо 4R | Новый кокцин | Кошениль красный A | 16255 | E 124 | 2611-82-7 |
| Эритрозин | FD&C Красный № 3 | — | 45430 | E 127 | 16423-68-0 |
| Синий патентованный V | — | — | 42051 | E 131 | 3536-49-0 |
| Индигокармин | FD&C Синий № 2 | Индиготин | 73015 | E 132 | 860-22-0 |
| Блестящий черный PN | — | — | 28440 | E 151 | 2519-30-4 |
| Черный 7984 | — | — | 27755 | E 152 | 2118-39-0 |
| Блестящий зеленый FCF | FD&C Зеленый № 3 | — | 42053 | [c] | 2353-45-9 |
| Синий BPC | — | — | 2045 | [c] | [c] |
| Аллура Ред AC | Красный очаровательный | — | 16035 | E129 | 25956-17-16 |
| Блестящий синий FCF | — | — | 42090 | E133 | 3844-45-9 |
| Новый красный | — | — | [c] | [c] | 220658-76-4 |
| Кармуазин | Азорубин | — | 14720 | E122 | 3567-69-6 |

[a] C.I.: Идентификационный номер в соответствии с цветовым индексом [4].

[b] № E: Текущий номер в Европейском сообществе (ЕС).

[c] № E недоступен.

[d] № CAS: Номер по номенклатуре химической реферативной службы.

**Приложение В**
**(обязательное)**

## Возможное взаимное влияние красителей

### В.1 Красители, не препятствующие обнаружению

Известны следующие красители растительного происхождения или растительные экстракты, не препятствующие обнаружению по данному методу:

- люцерна;
- аннато (биксин и норбиксин);
- антоцианы;
- каротин;
- β-апокаротеналь;
- β-этиловый эфир апокаротиновой кислоты;
- β-кантаксантин;
- хлорофилл;
- медный комплекс хлорофиллина;
- эфирное масло паприки;
- рибофлавин;
- ноготки;
- корень свеклы красный;
- горчица;
- цветок тагетеса;
- чай;
- томат.

### В.2 Красители, которые могут препятствовать обнаружению

В некоторых случаях натуральные красители могут препятствовать обнаружению данным методом. В таблице В.1 приведено их применение в пищевых продуктах, а также синтетические красители, обнаружению которых эти натуральные красители могут препятствовать.

Таблица В.1 — Красители, которые могут препятствовать обнаружению

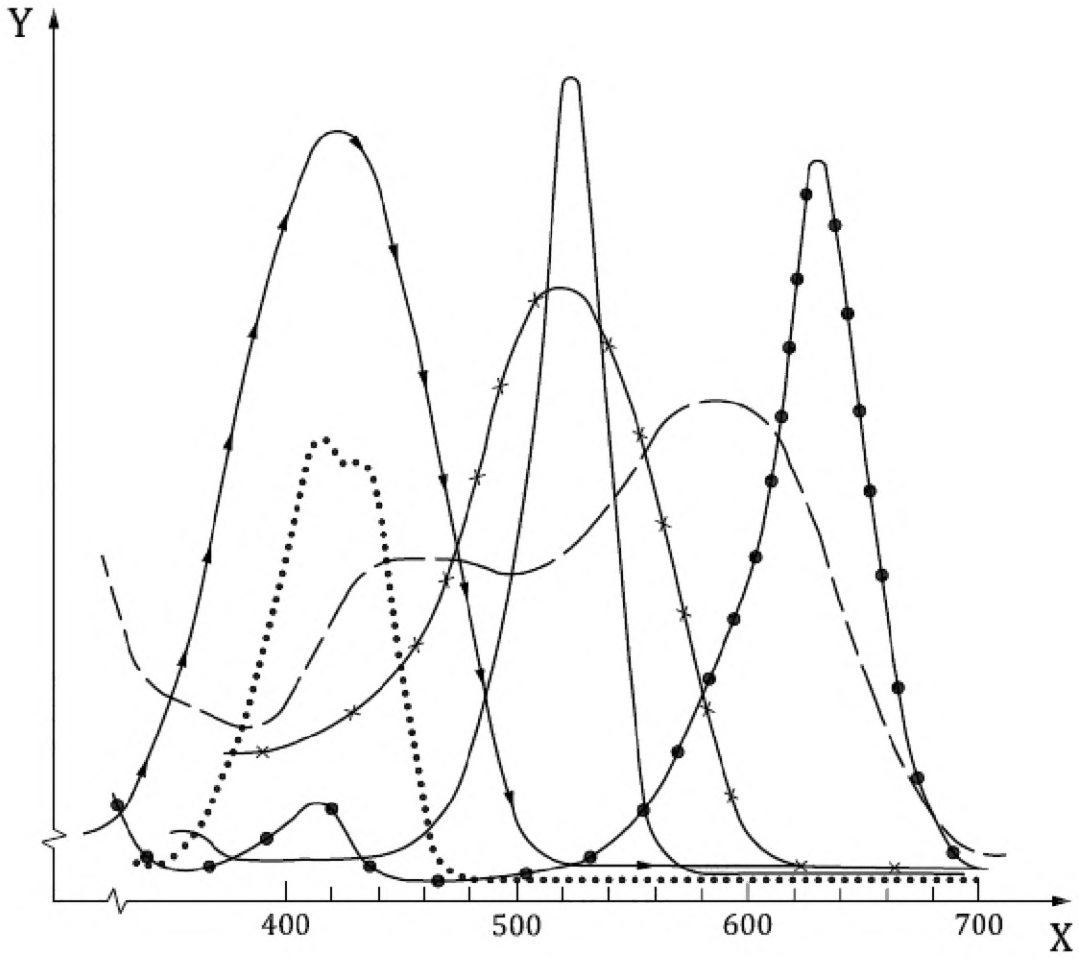
| Вещество | Применение в пищевых продуктах | Краситель, обнаружению которого препятствует данное вещество |
|---|---|---|
| Куркумин | Специи; также используется как желтый краситель | Желтый хинолиновый (Е 104)[a]<br>Черный блестящий PN (Е 151)[a]<br>Черный 7984 (Е 152)[a] |
| Шафран | Специи (слишком дорогостоящий для использования в качестве красителя) | Эритрозин (Е 127)[b]<br>Желтый хинолиновый (Е104)[a,b]<br>Черный блестящий PN (Е151)[a,b]<br>Черный 7984 (Е 152)[b] |
| Сафлор | Заменитель шафрана | Тартразин (Е 102)[b] |

[a] Влияние можно рассматривать как незначительное.

[b] Для предотвращения или уменьшения влияния сафлора или шафрана рекомендуется использовать для хроматографирования раствор II (см. 7.18).

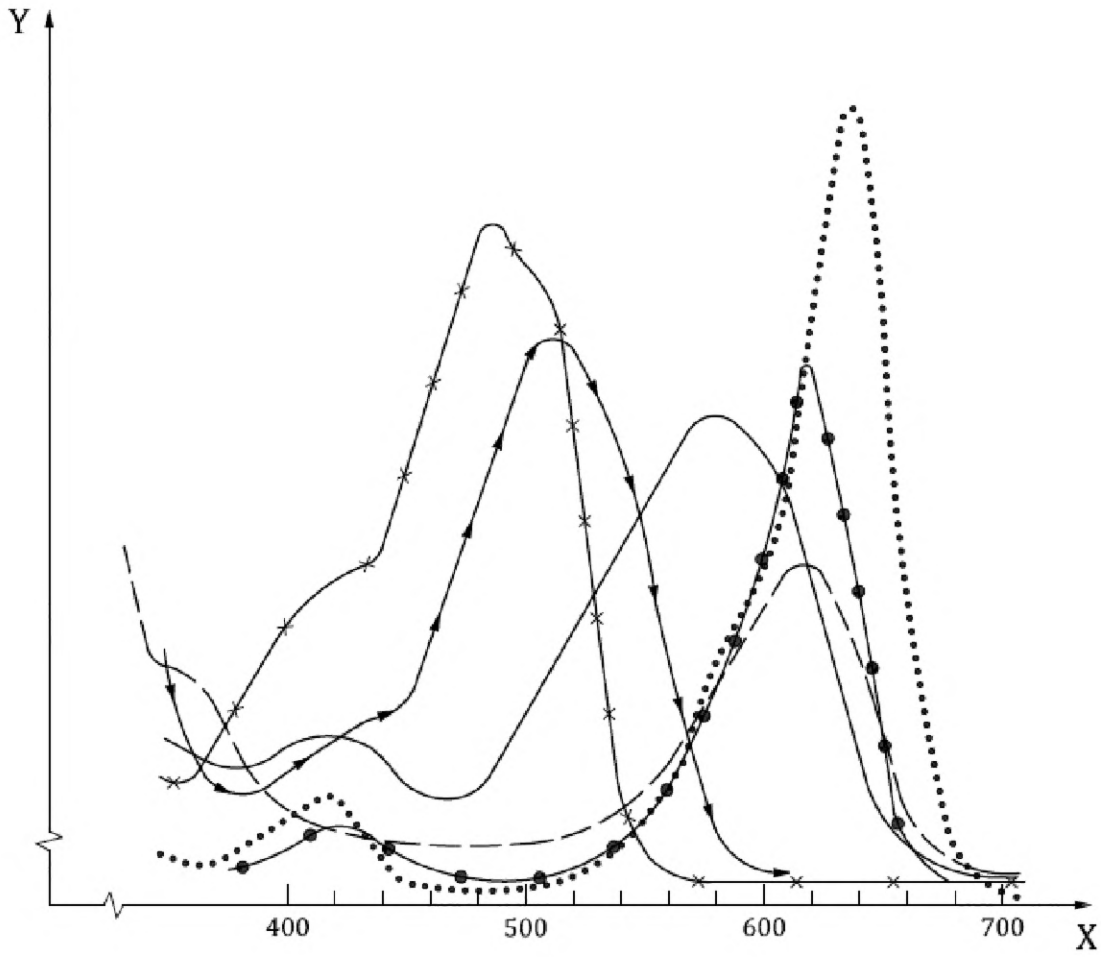
**Приложение С**
**(справочное)**

## Спектры поглощения




Условные обозначения:
X — длина волны, нм;
Y — абсорбция;
••••• — желтый хинолиновый;
———— —- эритрозин;
—»— — тартразин;
—— —— — черный 7984;
—x— — амарант;
—•— — синий VRS

Рисунок С.1 — Спектры поглощения амаранта, черного 7984, синего VRS, эритрозина, тартразина и хинолинового желтого




Условные обозначения:

X — длина волны, нм;

Y — абсорбция;

—x— — желтый «солнечный закат» FCF;

———— — черный блестящий PN;

—•— — зеленый прочный FCF;

••••• — синий патентованный V;

—»— — понсо 4R;

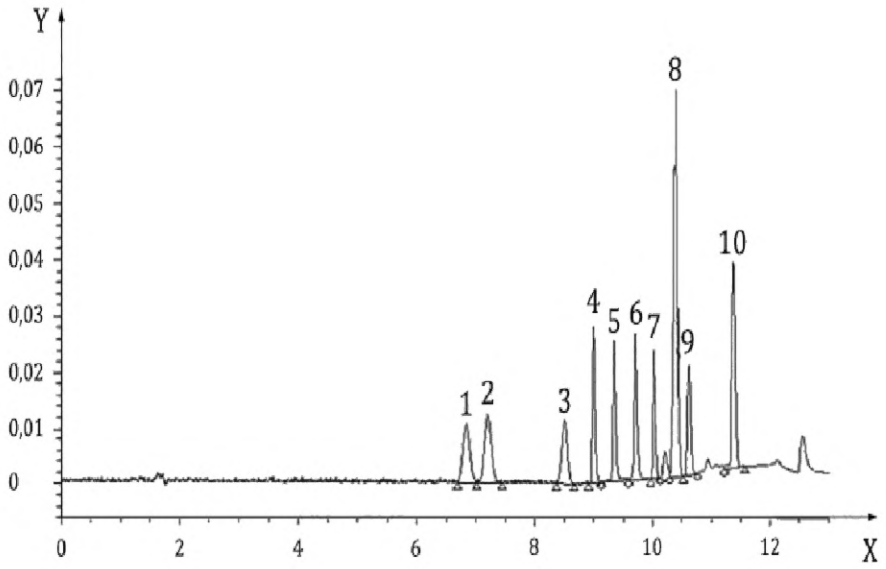
——— —— — индигокармин

Рисунок С.2 — Спектры поглощения черного блестящего PN, зеленого прочного FCF, индигокармина, синего патентованного V, понсо 4R и желтого «солнечный закат» FCF

## Приложение D
## (справочное)

## Хроматограмма и длина волны

### D.1 Хроматограмма стандарта




Условные обозначения:

X — длина волны, нм;

Y — абсорбция;

1 — тартразин;
2 — новый красный;
3 — амарант;
4 — индигокармин;
5 — понсо 4R;
6 — желтый «солнечный закат» FCF;
7 — аллюр красный АС;
8 — блестящий синий FCF;
9 — кармуазин;
10 — эритрозин

Рисунок D.1 — Хроматограмма (λ: 400—800 нм) тартразина, нового красного, амаранта, индигокармина, понсо 4R, желтого «солнечного заката» FCF, аллюра красного АС, блестящего синего FCF, кармуазина и эритрозина

### D.2 Рекомендуемая длина волны обнаружения УФ-детектора

Рекомендуемая длина волны обнаружения для различных красителей с использованием обнаружения УФ-детектором.

Тартразин: 428 нм.
Амарант: 525 нм.
Понсо 4R: 508 нм.
Желтый «солнечный закат» FCF: 480 нм.
Эритрозин: 531 нм.
Красный очаровательный АС: 508 нм.
Блестящий синий FCF: 628 нм.
Кармуазин: 518 нм.
Новый красный: 508 нм.
Индигокармин: 610 нм.

## Приложение Е
## (справочное)

## Межлабораторные испытания

### Е.1 Обзор

Международное лабораторное круговое испытание по настоящему стандарту проводилось с 27 июня по 26 июля 2020 г. Одиннадцать лабораторий участвовали в двух параллельных испытаниях по пять образцов в каждой.

Испытания проводились Шанхайским институтом контроля качества и технических исследований (Китай), который также подготовил статистический анализ и окончательный отчет.

Метод испытаний, описанный в настоящем стандарте, применяется здесь для определения красителей в образцах мясных продуктов.

Во время кругового теста использовали образцы пяти различных видов мяса (A: курица, B: баранина, C: свинина, D: говядина и E: утка), каждый из которых имел несколько средних уровней.

### Е.2 Статистический анализ результатов испытаний красителей

#### Е.2.1 Тартразин

Е.2.1.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания тартразина в образцах мяса. Результаты представлены в таблице Е.1.

Таблица Е.1 — Исходные результаты испытаний. Содержание тартразина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,492 | 0,443 | 9,07 | 9,75 | 2,09 | 2,17 | 5,11 | 3,73 | 0,876 | 0,900 |
| 2 | 0,512 | 0,516 | 10,60 | 10,13 | 2,25 | 2,34 | 4,92 | 4,91 | 0,935 | 0,962 |
| 3 | 0,510 | 0,503 | 10,50 | 10,50 | 2,17 | 2,20 | 4,81 | 4,86 | 0,929 | 0,976 |
| 4 | 0,480 | 0,496 | 9,62 | 9,81 | 2,32 | 2,29 | 4,63 | 4,51 | 0,813 | 0,931 |
| 5 | 0,481 | 0,502 | 9,23 | 9,34 | 2,48 | 2,50 | 4,65 | 4,65 | 0,947 | 0,996 |
| 6 | 0,479 | 0,501 | 9,83 | 10,01 | 2,25 | 2,64 | 4,41 | 4,70 | 0,866 | 0,885 |
| 7 | 0,544 | 0,528 | 10,06 | 10,52 | 2,27 | 2,31 | 4,57 | 4,76 | 0,854 | 0,886 |
| 8 | 0,492 | 0,521 | 10,32 | 10,01 | 2,11 | 2,52 | 4,57 | 4,80 | 0,951 | 0,908 |
| 9 | 0,479 | 0,459 | 9,81 | 10,10 | 2,07 | 2,45 | 4,60 | 4,46 | 0,889 | 0,842 |
| 10 | 0,500 | 0,532 | 8,38 | 8,56 | 2,67 | 2,99 | 4,39 | 4,78 | 1,279 | 1,181 |
| 11 | 0,549 | 0,573 | 10,68 | 10,87 | 2,28 | 2,51 | 4,67 | 5,04 | 0,906 | 0,925 |

Е.2.1.2 Значения ячейки

Ячейки для определения содержания тартразина показаны в таблице Е.2.

Таблица Е.2 — Значения ячейки. Содержание тартразина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,467 5 | 9,410 | 2,130 | 4,420 | 0,888 0 |
| 2 | 0,514 0 | 10,365 | 2,295 | 4,915 | 0,948 5 |
| 3 | 0,506 5 | 10,500 | 2,185 | 4,835 | 0,952 5 |
| 4 | 0,488 0 | 9,715 | 2,305 | 4,570 | 0,872 0 |
| 5 | 0,491 5 | 9,285 | 2,490 | 4,650 | 0,971 5 |
| 6 | 0,490 0 | 9,920 | 2,445 | 4,555 | 0,875 5 |
| 7 | 0,536 0 | 10,290 | 2,290 | 4,665 | 0,870 0 |
| 8 | 0,506 5 | 10,165 | 2,315 | 4,685 | 0,929 5 |
| 9 | 0,469 0 | 9,955 | 2,260 | 4,530 | 0,865 5 |
| 10 | 0,516 0 | 8,470 | 2,830 | 4,585 | 1,230 0 |
| 11 | 0,561 0 | 10,775 | 2,395 | 4,855 | 0,915 5 |

Е.2.1.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания тартразина показаны в таблице Е.3.

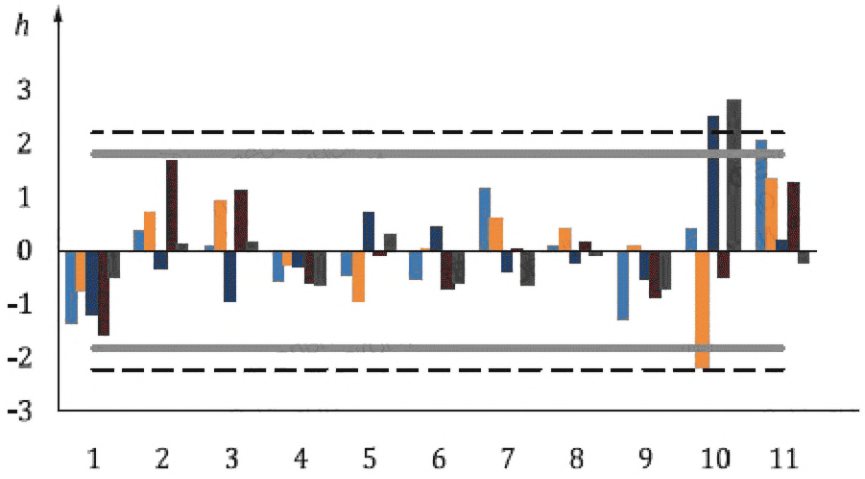
Таблица Е.3 — Абсолютные различия ячеек. Содержание тартразина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,049 | 0,68 | 0,08 | 1,38 | 0,024 |
| 2 | 0,004 | 0,47 | 0,09 | 0,01 | 0,027 |
| 3 | 0,007 | 0,00 | 0,03 | 0,05 | 0,047 |
| 4 | 0,016 | 0,19 | 0,03 | 0,12 | 0,118 |
| 5 | 0,021 | 0,11 | 0,02 | 0,00 | 0,049 |
| 6 | 0,022 | 0,18 | 0,39 | 0,29 | 0,019 |
| 7 | 0,016 | 0,46 | 0,04 | 0,19 | 0,032 |
| 8 | 0,029 | 0,31 | 0,41 | 0,23 | 0,043 |
| 9 | 0,020 | 0,29 | 0,38 | 0,14 | 0,047 |
| 10 | 0,032 | 0,18 | 0,32 | 0,39 | 0,098 |
| 11 | 0,024 | 0,19 | 0,23 | 0,37 | 0,019 |

Е.2.1.4 Анализ результатов на согласованность и выбросы

Е.2.1.4.1 Метод графической непротиворечивости по статистике Манделя *h* и *k*.

См. рисунки Е.1 и Е.2.

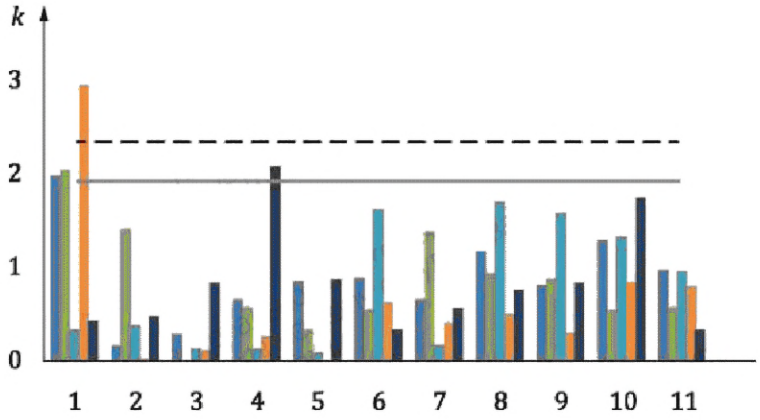



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

——— — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.1 — Содержание тартразина.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

——— — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.2 — Содержание тартразина.
Внутрилабораторная статистика постоянства Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

На графике *h* показано, что лаборатория 10 имела отставание на уровне B, как и лаборатория 11 на уровне A, в то время как лаборатория 10 имела выбросы на уровнях C и E. В качестве дополнительной проверки лаборатория 10 получила гораздо более высокие результаты испытаний, чем все другие лаборатории на уровнях C и E, поэтому эти два результата были отклонены.

График *k* показывает, что в лаборатории 1 были отставшие значения на уровнях A и B, как и в лаборатории 4 на уровне E, в то время как в лаборатории 1 был выброс на уровне D. В качестве дополнительной проверки абсолютная разница между данными, измеренными лабораторией 1 на уровне D является наибольшим, поэтому результат был отклонен.

Е.2.1.4.2 Тест Кокрана

Остальные данные используются для проведения дополнительного теста Кокрана, который приводит значения статистического критерия C, показанные в таблице Е.4.

Таблица Е.4 — Содержание тартразина. Значение теста Кокрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана, *C* | 0,356 0 | 0,377 7 | 0,313 7 | 0,305 0 | 0,543 0 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,570 | 0,570 | 0,602 | 0,602 | 0,602 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,684 | 0,684 | 0,718 | 0,718 | 0,718 |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 11 | 10 | 10 | 10 |

Если статистический критерий больше своего 5 %-ного критического значения и меньше или равен своему 1 %-ному критическому значению, тестируемый элемент считается отстающим. Если статистический критерий превышает свое 1 %-ное критическое значение, тестируемый элемент считается выбросом.

Применение теста Кокрана не подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.1.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним ячейкам приводит значения статистического критерия G, показанные в таблице Е.5.

Таблица Е.5 — Содержание тартразина. Применение теста Граббса к значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,322 | 2,048 | 0,589 7 | 0,335 4 |
| B | 11 | 2,183 | 1,347 | 0,328 2 | 0,675 5 |
| C | 10 | 1,644 | 1,626 | 0,445 9 | 0,429 2 |
| D | 10 | 1,124 | 1,677 | 0,701 8 | 0,398 5 |
| E | 10 | 1,093 | 1,579 | 0,701 2 | 0,488 7 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

В тесте Граббса для одного отдаленного наблюдения выбросы и отставания приводят к значениям, которые превышают свое 1 %-ное и 5 %-ное критическое значение соответственно.

В тесте Граббса для двух отдаленных наблюдений выбросы и отставания приводят к значениям, которые меньше своего 1 %-ного и 5 %-ного критического значения соответственно.

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек не подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.1.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего значения ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания тартразина в каждом образце даст значения, указанные в таблице Е.6.

Таблица Е.6 — Содержание тартразина. Расчетные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$ | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 11 | 10 | 10 | 10 |
| Общая средняя $m$ | 0,504 | 9,90 | 2,31 | 4,68 | 0,909 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,017 5 | 0,235 9 | 0,163 7 | 0,157 9 | 0,035 8 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,030 4 | 0,674 0 | 0,159 7 | 0,177 1 | 0,047 1 |

Е.2.1.6 Зависимость точности от общего среднего $m$

Таблица Е.6 показывает, что $s_r$ и $s_R$ имеют сильную положительную корреляцию с $m$. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_r$ (или $\log s_R$) и $\log m$ следующим образом:

- $\log s_r = 0{,}885\ 9 \log m - 1{,}383\ 1$, $R^2 = 0{,}891\ 4$;
- $\log s_R = 0{,}994\ 7 \log m - 1{,}249\ 3$, $R^2 = 0{,}958\ 4$.

Е.2.1.7 Окончательные значения точности

Точность метода измерения содержания тартразина должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}041 + m^{0{,}89}$;
- $s_R = 0{,}056 + m^{0{,}99}$.

**Е.2.2 Новый красный**

Е.2.2.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания нового красного в образцах мяса. Результаты испытаний представлены в таблице Е.7.

Таблица Е.7 — Исходные результаты испытаний. Содержание нового красного

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,476 | 0,522 | 10,13 | 10,36 | 2,05 | 2,24 | 4,60 | 3,91 | 0,975 | 0,938 |
| 2 | 0,486 | 0,510 | 9,87 | 9,77 | 2,13 | 2,19 | 4,82 | 4,77 | 0,995 | 1,016 |
| 3 | 0,487 | 0,494 | 9,75 | 9,78 | 2,04 | 2,08 | 4,62 | 4,67 | 0,952 | 0,922 |
| 4 | 0,484 | 0,543 | 9,74 | 9,85 | 2,17 | 2,12 | 4,68 | 4,72 | 0,963 | 0,941 |
| 5 | 0,495 | 0,510 | 9,71 | 9,58 | 2,26 | 2,46 | 4,61 | 4,60 | 0,941 | 0,920 |
| 6 | 0,551 | 0,496 | 10,27 | 10,64 | 2,36 | 2,75 | 4,49 | 4,57 | 0,969 | 0,948 |
| 7 | 0,502 | 0,461 | 10,78 | 10,18 | 2,17 | 2,76 | 4,62 | 4,41 | 0,882 | 0,906 |
| 8 | 0,523 | 0,503 | 10,18 | 10,21 | 2,48 | 2,45 | 4,84 | 4,23 | 0,963 | 0,902 |
| 9 | 0,507 | 0,448 | 9,71 | 10,19 | 2,54 | 2,09 | 4,26 | 4,59 | 0,846 | 0,889 |
| 10 | 0,478 | 0,534 | 10,44 | 10,73 | 2,93 | 2,78 | 4,48 | 4,37 | 1,121 | 1,072 |
| 11 | 0,525 | 0,493 | 11,99 | 9,96 | 2,60 | 2,58 | 4,72 | 4,87 | 0,908 | 0,967 |

Е.2.2.2 Значение ячеек

Средние значения ячеек для определения содержания нового красного показаны в таблице Е.8.

Таблица Е.8 — Значения ячеек. Содержание нового красного

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,499 0 | 10,245 | 2,145 | 4,255 | 0,956 5 |
| 2 | 0,498 0 | 9,820 | 2,160 | 4,795 | 1,005 5 |
| 3 | 0,490 5 | 9,765 | 2,060 | 4,645 | 0,937 0 |
| 4 | 0,513 5 | 9,795 | 2,145 | 4,700 | 0,952 0 |
| 5 | 0,502 5 | 9,645 | 2,360 | 4,605 | 0,930 5 |
| 6 | 0,523 5 | 10,455 | 2,555 | 4,530 | 0,958 5 |
| 7 | 0,481 5 | 10,480 | 2,465 | 4,515 | 0,894 0 |
| 8 | 0,513 0 | 10,195 | 2,465 | 4,535 | 0,932 5 |
| 9 | 0,477 5 | 9,950 | 2,315 | 4,425 | 0,867 5 |
| 10 | 0,506 0 | 10,585 | 2,855 | 4,425 | 1,096 5 |
| 11 | 0,509 0 | 10,975 | 2,590 | 4,795 | 0,937 5 |

Е.2.2.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания нового красного показаны в таблице Е.9.

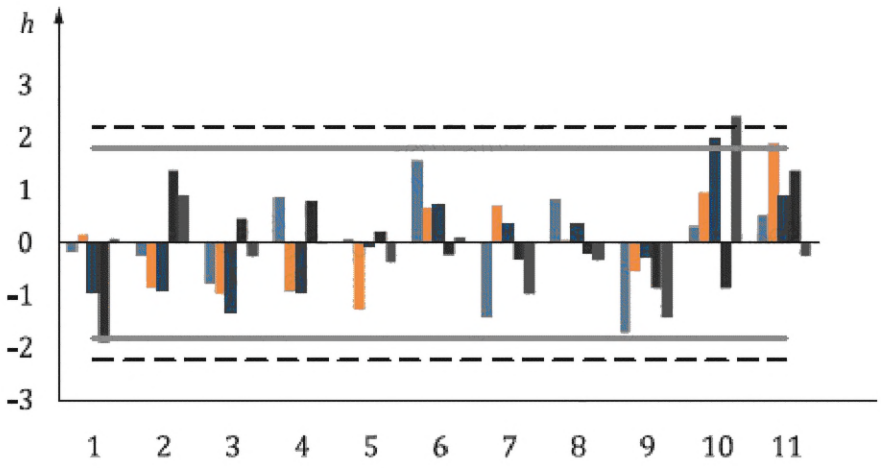
Таблица Е.9 — Абсолютные различия ячеек. Содержание нового красного

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,046 | 0,23 | 0,19 | 0,69 | 0,037 |
| 2 | 0,024 | 0,10 | 0,06 | 0,05 | 0,021 |
| 3 | 0,007 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,030 |
| 4 | 0,059 | 0,11 | 0,05 | 0,04 | 0,022 |
| 5 | 0,015 | 0,13 | 0,20 | 0,01 | 0,021 |
| 6 | 0,055 | 0,37 | 0,39 | 0,08 | 0,021 |
| 7 | 0,041 | 0,60 | 0,59 | 0,21 | 0,024 |
| 8 | 0,020 | 0,03 | 0,03 | 0,61 | 0,061 |
| 9 | 0,059 | 0,48 | 0,45 | 0,33 | 0,043 |
| 10 | 0,056 | 0,29 | 0,15 | 0,11 | 0,049 |
| 11 | 0,032 | 2,03 | 0,02 | 0,15 | 0,059 |

Е.2.2.4 Анализ результатов на согласованность и выбросы

Е.2.2.4.1 Метод графической непротиворечивости по статистике Манделя *h* и *k*.

См. рисунки Е.3 и Е.4.

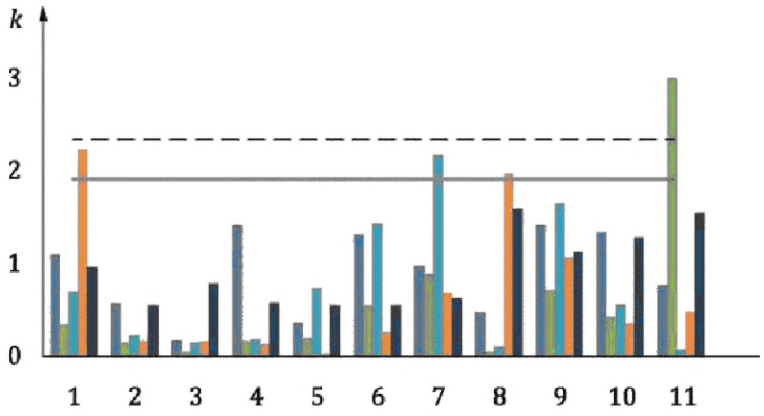



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

— 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.3 — Содержание нового красного — статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

— 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.4 — Содержание нового красного — статистика межлабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

На графике *h* показано, что лаборатория 1 имеет отставание на уровне D, лаборатория 10 на уровне C и лаборатория 11 на уровне B, а лаборатория 10 имеет выброс на уровне E. В качестве дополнительной проверки лаборатория 10 получила более высокие результаты испытаний, чем другие лаборатории на уровне E, и поэтому результаты были отклонены.

График *k* показывает, что в лаборатории 1 отставание было на уровне D, в лаборатории 7 — на уровне C, в лаборатории 8 — на уровне D, а в лаборатории 11 был выброс на уровне B. В качестве дополнительной проверки абсолютная разница между данными, измеренными лабораторией 11 на уровне B является наибольшим, поэтому результат был отклонен.

E.2.2.4.2 Тест Кокрана

Остальные данные используются для проведения дополнительного теста Кокрана, который дает значения критерия C, приведенные в таблице E.10.

Таблица E.10 — Содержание нового красного. Значение теста Кокрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана, *C* | 0,181 4 | 0,397 7 | 0,429 6 | 0,453 9 | 0,271 5 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,570 | 0,602 | 0,570 | 0,570 | 0,602 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,684 | 0,718 | 0,684 | 0,684 | 0,718 |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 10 | 11 | 11 | 10 |

Применение теста Кокрана не подтверждает отсутствие отставания и выбросов.

E.2.2.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним ячейкам приводит значения критерия статистики G, показанные в таблице E.11.

Таблица E.11 — Содержание нового красного. Применение теста Граббса к средним значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,701 | 1,591 | 0,402 5 | 0,602 9 |
| B | 10 | 1,314 | 1,440 | 0,633 2 | 0,535 2 |
| C | 11 | 1,304 | 1,996 | 0,683 1 | 0,428 1 |
| D | 11 | 1,885 | 1,389 | 0,488 1 | 0,528 2 |
| E | 10 | 1,869 | 1,834 | 0,335 8 | 0,509 4 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек не подтверждает отсутствие отставания и выбросов.

E.2.2.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего (*m*) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания нового красного в каждой пробе дает значения, показанные в таблице E.12.

Таблица Е.12 — Содержание нового красного. Расчетные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$ | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 10 | 11 | 11 | 10 |
| Общая средняя $m$ | 0,501 | 10,09 | 2,37 | 4,57 | 0,937 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,029 5 | 0,212 7 | 0,191 9 | 0,218 4 | 0,026 2 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,025 1 | 0,373 0 | 0,276 5 | 0,225 9 | 0,041 6 |

Е.2.2.6 Зависимость точности от общего среднего $m$

Таблица Е.12 показывает, что нет очевидной зависимости между $s_r$, $s_R$ и $m$. Таким образом, $m$ можно рассматривать как конечное среднее значение, среднее значение $s_r$ пяти матриц — как конечное стандартное отклонение воспроизводимости, а среднее значение $s_R$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение воспроизводимости.

Е.2.2.7 Окончательные значения точности

Точность метода измерения содержания нового красного должна быть представлена следующим образом:

- $s_r$ = 0,135 7;
- $s_R$ = 0,188 4.

**Е.2.3 Амарант**

Е.2.3.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания амаранта в образцах мяса. Результаты испытаний показаны в таблице Е.13.

Таблица Е.13 — Исходные результаты испытаний. Содержание амаранта

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,421 | 0,445 | 8,02 | 9,02 | 2,01 | 2,40 | 4,77 | 4,26 | 0,988 | 0,970 |
| 2 | 0,479 | 0,494 | 9,57 | 9,54 | 2,02 | 2,22 | 4,78 | 4,75 | 0,997 | 0,989 |
| 3 | 0,489 | 0,507 | 9,68 | 9,73 | 2,07 | 2,12 | 4,58 | 4,56 | 0,888 | 0,857 |
| 4 | 0,459 | 0,489 | 10,32 | 10,35 | 2,27 | 2,00 | 4,61 | 4,70 | 0,836 | 0,884 |
| 5 | 0,493 | 0,502 | 9,81 | 9,70 | 2,46 | 2,50 | 4,45 | 4,56 | 0,905 | 0,884 |
| 6 | 0,439 | 0,448 | 8,50 | 10,08 | 1,96 | 2,55 | 3,94 | 4,34 | 0,875 | 0,848 |
| 7 | 0,448 | 0,474 | 9,03 | 9,62 | 2,47 | 2,46 | 4,58 | 4,45 | 0,853 | 0,897 |
| 8 | 0,451 | 0,437 | 9,52 | 9,44 | 2,35 | 2,31 | 5,00 | 4,71 | 0,960 | 0,980 |
| 9 | 0,470 | 0,423 | 8,41 | 8,77 | 1,98 | 2,03 | 4,03 | 4,35 | 0,756 | 0,936 |
| 10 | 0,514 | 0,443 | 7,90 | 7,95 | 2,08 | 2,59 | 4,21 | 4,42 | 0,932 | 0,917 |
| 11 | 0,480 | 0,485 | 9,58 | 9,99 | 2,24 | 2,28 | 4,65 | 4,57 | 0,904 | 0,926 |

E.2.3.2 Средние значения ячеек

Ячейки для определения содержания амаранта показаны в таблице E.14.

Таблица E.14 — Средние значения ячеек. Содержание амаранта

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,433 0 | 8,520 | 2,205 | 4,515 | 0,979 0 |
| 2 | 0,486 5 | 9,555 | 2,120 | 4,765 | 0,993 0 |
| 3 | 0,498 0 | 9,705 | 2,095 | 4,570 | 0,872 5 |
| 4 | 0,474 0 | 10,335 | 2,135 | 4,655 | 0,860 0 |
| 5 | 0,497 5 | 9,755 | 2,480 | 4,505 | 0,894 5 |
| 6 | 0,443 5 | 9,290 | 2,255 | 4,140 | 0,861 5 |
| 7 | 0,461 0 | 9,325 | 2,465 | 4,515 | 0,875 0 |
| 8 | 0,444 0 | 9,480 | 2,330 | 4,855 | 0,970 0 |
| 9 | 0,446 5 | 8,590 | 2,005 | 4,190 | 0,846 0 |
| 10 | 0,478 5 | 7,925 | 2,335 | 4,315 | 0,924 5 |
| 11 | 0,482 5 | 9,785 | 2,260 | 4,610 | 0,915 0 |

E.2.3.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек определения содержания амаранта приведены в таблице E.15.

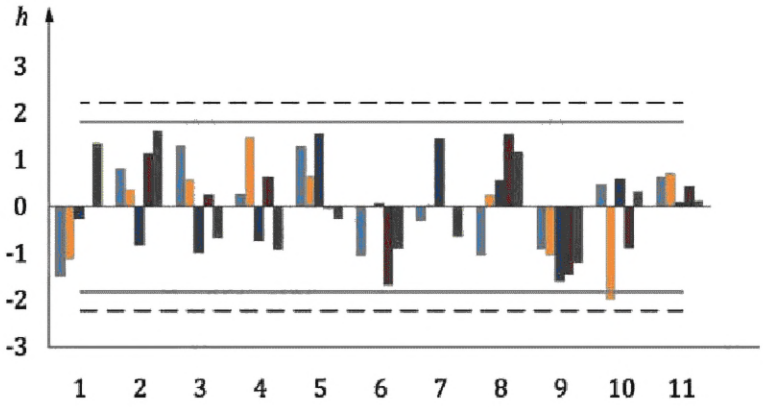
Таблица E.15 — Абсолютные различия ячеек. Содержание амаранта

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,024 | 1,00 | 0,39 | 0,51 | 0,018 |
| 2 | 0,015 | 0,03 | 0,20 | 0,03 | 0,008 |
| 3 | 0,018 | 0,05 | 0,05 | 0,02 | 0,031 |
| 4 | 0,030 | 0,03 | 0,27 | 0,09 | 0,048 |
| 5 | 0,009 | 0,11 | 0,04 | 0,11 | 0,021 |
| 6 | 0,009 | 1,58 | 0,59 | 0,40 | 0,027 |
| 7 | 0,026 | 0,59 | 0,01 | 0,13 | 0,044 |
| 8 | 0,014 | 0,08 | 0,04 | 0,29 | 0,020 |
| 9 | 0,047 | 0,36 | 0,05 | 0,32 | 0,180 |
| 10 | 0,071 | 0,05 | 0,51 | 0,21 | 0,015 |
| 11 | 0,005 | 0,41 | 0,04 | 0,08 | 0,022 |

Е.2.3.4 Анализ результатов на согласованность и выбросы

Е.2.3.4.1 Метод графической непротиворечивости по статистике Манделя *h* и *k*.

См. рисунки Е.5 и Е.6.

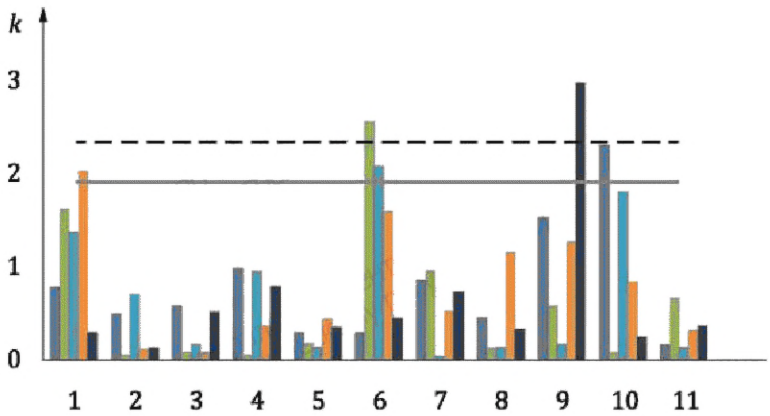



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

——— — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.5 — Содержание амаранта.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

——— — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.6 — Содержание амаранта.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

На графике *h* показано, что в лаборатории 10 был отставший на уровне B, в то время как здесь не было обнаружено никаких выбросов.

На графике *k* показано, что в лаборатории 1 отставание было на уровне D, в лаборатории 6 — на уровне C, а в лаборатории 10 — на уровне A, в то время как в лаборатории 6 был выброс на уровне B, а в лаборатории 9 — на уровне E. В качестве дополнительной проверки абсолютное значение разница между данными, измеренными лабораторией 6 на уровне B и лабораторией 9 на уровне E, наибольшая, поэтому результаты были отклонены.

Е.2.3.4.2 Тест Кокрана

Остальные данные используются для проведения следующего теста Кокрана, представляющие значения статистического критерия C, приведенные в таблице Е.16.

Таблица Е.16 — Содержание амаранта. Значение теста Кокрана, критерий С

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана, *C* | 0,487 8 | 0,598 4 | 0,394 2 | 0,374 0 | 0,292 8 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,570 | 0,602 | 0,570 | 0,570 | 0,602 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,684 | 0,718 | 0,684 | 0,684 | 0,718 |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 10 | 11 | 11 | 10 |

Применение теста Кокрана не подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.3.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним ячейкам приводит значения критерия статистики G, показанные в таблице Е.17.

Таблица Е.17 — Содержание амаранта. Применение теста Граббса к средним значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,497 | 1,305 | 0,595 0 | 0,590 5 |
| B | 10 | 1,884 | 1,424 | 0,358 4 | 0,664 2 |
| C | 11 | 1,581 | 1,560 | 0,579 6 | 0,441 9 |
| D | 11 | 1,672 | 1,539 | 0,403 2 | 0,555 0 |
| E | 10 | 1,078 | 1,553 | 0,686 0 | 0,440 2 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение критерия Граббса к средним значениям ячеек не подтверждает отсутствие отклонений и выбросов.

Е.2.3.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания амаранта в каждом образце приводит значения, указанные в таблице Е.18.

Таблица Е.18 — Содержание амаранта. Расчетные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 10 | 11 | 11 | 10 |
| Общая средняя *m* | 0,468 | 9,30 | 2,24 | 4,51 | 0,915 |
| Стандартное отклонение, повторяемости $s_r$ | 0,021 7 | 0,289 1 | 0,200 4 | 0,177 8 | 0,019 8 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,027 8 | 0,756 8 | 0,207 2 | 0,255 8 | 0,052 5 |

Е.2.3.6 Зависимость точности от общего среднего $m$

Таблица Е.18 показывает, что очевидной зависимости между $s_r$ и $m$ нет. Следовательно, $m$ можно рассматривать как конечное среднее значение, а среднее значение $s_r$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение повторяемости. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_R$ и $\log m$ следующим образом:

$\log s_R = 1{,}085\ 6 \log m - 1{,}195\ 0$, $R^2 = 0{,}976\ 4$.

Е.2.3.7 Окончательные значения точности

Точность метода измерения содержания амаранта должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}141\ 7$;
- $s_R = 0{,}064\ m^{1{,}09.}$

**Е.2.4 Индигокармин**

Е.2.4.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания индикармина в образцах мяса. Результаты испытаний показаны в таблице Е.19.

Таблица Е.19 — Исходные результаты испытаний. Содержание индикармина

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,388 | 0,338 | 7,84 | 8,26 | 1,99 | 2,19 | 4,36 | 3,60 | 0,850 | 0,831 |
| 2 | 0,419 | 0,431 | 8,36 | 8,15 | 1,94 | 2,07 | 4,41 | 4,08 | 0,877 | 0,933 |
| 3 | 0,434 | 0,404 | 8,61 | 8,94 | 2,07 | 2,12 | 4,35 | 3,94 | 0,836 | 0,851 |
| 4 | 0,426 | 0,406 | 8,57 | 8,46 | 2,07 | 2,00 | 4,03 | 4,27 | 0,853 | 0,806 |
| 5 | 0,413 | 0,375 | 9,01 | 8,40 | 1,92 | 2,15 | 4,37 | 4,15 | 0,801 | 0,844 |
| 6 | 0,375 | 0,421 | 7,81 | 8,31 | 1,87 | 2,26 | 3,47 | 3,55 | 0,813 | 0,898 |
| 7 | 0,380 | 0,367 | 7,94 | 8,42 | 2,04 | 1,81 | 4,17 | 3,72 | 0,827 | 0,817 |
| 8 | 0,394 | 0,426 | 8,33 | 8,08 | 1,97 | 2,34 | 4,31 | 3,88 | 0,846 | 0,829 |
| 9 | 0,429 | 0,390 | 7,61 | 8,16 | 1,71 | 1,50 | 3,99 | 4,37 | 0,729 | 0,796 |
| 10 | 0,399 | 0,347 | 8,03 | 8,32 | 1,85 | 2,16 | 3,77 | 4,32 | 0,807 | 0,878 |
| 11 | 0,412 | 0,371 | 8,36 | 8,99 | 1,82 | 2,37 | 4,37 | 4,08 | 0,819 | 0,917 |

Е.2.4.2 Среднее значение ячеек

Ячейки для определения содержания индикармина показаны в таблице Е.20.

Таблица Е.20 — Среднее значение ячеек. Содержание индикармина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,363 0 | 8,050 | 2,090 | 3,980 | 0,840 5 |
| 2 | 0,425 0 | 8,255 | 2,005 | 4,245 | 0,905 0 |
| 3 | 0,419 0 | 8,775 | 2,095 | 4,145 | 0,843 5 |
| 4 | 0,416 0 | 8,515 | 2,035 | 4,150 | 0,829 5 |
| 5 | 0,394 0 | 8,705 | 2,035 | 4,260 | 0,822 5 |
| 6 | 0,398 0 | 8,060 | 2,065 | 3,510 | 0,855 5 |
| 7 | 0,373 5 | 8,180 | 1,925 | 3,945 | 0,822 0 |
| 8 | 0,410 0 | 8,205 | 2,155 | 4,095 | 0,837 5 |
| 9 | 0,409 5 | 7,885 | 1,605 | 4,180 | 0,762 5 |
| 10 | 0,373 0 | 8,175 | 2,005 | 4,045 | 0,842 5 |
| 11 | 0,391 5 | 8,675 | 2,097 | 4,225 | 0,868 0 |

Е.2.4.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания индикармина показаны в таблице Е.21.

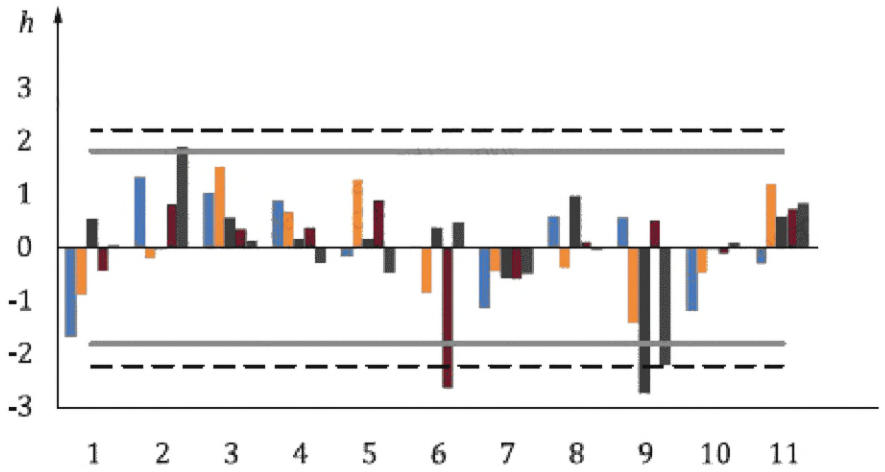
Таблица Е.21 — Абсолютные различия ячеек. Содержание индикармина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,050 | 0,42 | 0,20 | 0,76 | 0,019 |
| 2 | 0,012 | 0,21 | 0,13 | 0,33 | 0,056 |
| 3 | 0,030 | 0,33 | 0,05 | 0,41 | 0,015 |
| 4 | 0,020 | 0,11 | 0,07 | 0,24 | 0,047 |
| 5 | 0,038 | 0,61 | 0,23 | 0,22 | 0,043 |
| 6 | 0,046 | 0,50 | 0,39 | 0,08 | 0,085 |
| 7 | 0,013 | 0,48 | 0,23 | 0,45 | 0,010 |
| 8 | 0,032 | 0,25 | 0,37 | 0,43 | 0,017 |
| 9 | 0,039 | 0,55 | 0,21 | 0,38 | 0,067 |
| 10 | 0,052 | 0,29 | 0,31 | 0,55 | 0,071 |
| 11 | 0,041 | 0,63 | 0,55 | 0,29 | 0,098 |

Е.2.4.4 Анализ результатов на согласованность и выбросы

Е.2.4.4.1 Метод графической непротиворечивости по статистике *h* и *k* Манделя

См. рисунки Е.7 и Е.8.

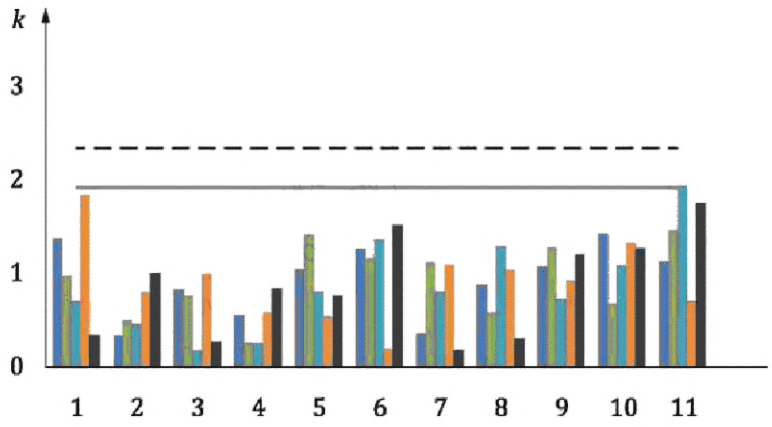



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

— 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.7 — Содержание индикармина.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

— 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.8 — Содержание индикармина.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

На графике *h* показано, что в лаборатории 2 и лаборатории 9 было два отставших на уровне E, в то время как в лаборатории 6 был выброс на уровне D, как и в лаборатории 9 на уровне C. В качестве дополнительной проверки лаборатория 6 и лаборатория 9 получили более низкие результаты испытаний, чем лаборатория 9, другие лаборатории на уровне D и C соответственно, в связи с чем результаты были отклонены.

График *k* показывает, что в лаборатории 11 был отставший на уровне C, в то время как здесь не было обнаружено никаких выбросов.

Е.2.4.4.2 Тест Кокрана

Остальные данные используются для проведения следующего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия C, приведенные в таблице Е.22.

Таблица Е.22 — Содержание индикармина. Значение теста Кокрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,185 2 | 0,194 6 | 0,356 0 | 0,307 4 | 0,278 2 |
| Отставание ($n$ = 2) | 0,570 | 0,570 | 0,602 | 0,602 | 0,570 |
| Выбросы ($n$ = 2) | 0,684 | 0,684 | 0,718 | 0,718 | 0,684 |
| Количество лабораторий, $p$ | 11 | 11 | 10 | 10 | 11 |

Применение теста Кокрана не подтверждает отсутствие отставших и выбросов.

Е.2.4.4.3 Тест Граббса

Применение критерия Граббса к средним ячейкам дает значения статистического критерия G, показанные в таблице Е.23.

Таблица Е.23 — Содержание индикармина. Применение теста Граббса к среднему значению ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий $p$ | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,668 | 1,330 | 0,490 8 | 0,652 6 |
| B | 10 | 1,432 | 1,523 | 0,657 0 | 0,513 6 |
| C | 11 | 1,955 | 1,622 | 0,420 5 | 0,573 8 |
| D | 11 | 1,666 | 1,218 | 0,364 2 | 0,632 2 |
| E | 10 | 2,207 | 1,904 | 0,407 8 | 0,483 8 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| $p$ = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| $p$ = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| $p$ = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| $p$ = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек не подтверждает отсутствие отклонений и выбросов.

Е.2.4.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания индикармина в каждом образце дает значения, показанные в таблице Е.24.

Таблица Е.24 — Содержание индикармина. Расчетные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 11 | 10 | 10 | 11 |
| Общая средняя $m$ | 0,398 | 8,32 | 2,05 | 4,13 | 0,839 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,025 8 | 0,304 5 | 0,207 6 | 0,306 5 | 0,039 6 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,027 6 | 0,370 2 | 0,160 3 | 0,242 7 | 0,044 6 |

Е.2.4.6 Зависимость точности от общего среднего *m*

Таблица Е.24 показывает, что $s_r$ и $s_R$ имеют сильную положительную корреляцию с m. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_r$ (или $\log s_R$) и $\log m$ следующим образом:

- $\log s_r = 0{,}924\ 1 \log m - 1{,}194\ 1$, $R^2 = 0{,}895\ 0$;
- $\log s_R = 0{,}904\ 6 \log m - 1{,}198\ 5$, $R^2 = 0{,}971\ 6$.

Е.2.4.7 Окончательные значения точности

Точность метода измерения содержания Индигокармина должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}064\ м^{0,92}$;
- $s_R = 0{,}063\ м^{0,90}$.

**Е.2.5 Понсо 4R**

Е.2.5.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания понсо 4R в образцах мяса. Результаты испытаний показаны в таблице Е.25.

Таблица Е.25 — Исходные результаты испытаний. Содержание понсо 4R

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,428 | 0,453 | 8,44 | 8,07 | 2,16 | 2,38 | 4,75 | 3,95 | 0,975 | 0,899 |
| 2 | 0,479 | 0,495 | 8,03 | 7,98 | 2,29 | 2,28 | 4,69 | 4,64 | 0,966 | 0,994 |
| 3 | 0,474 | 0,436 | 8,52 | 8,74 | 2,31 | 2,47 | 4,66 | 4,71 | 0,896 | 0,914 |
| 4 | 0,455 | 0,440 | 8,39 | 8,50 | 2,30 | 2,07 | 4,67 | 4,74 | 0,952 | 0,923 |
| 5 | 0,443 | 0,446 | 8,77 | 8,65 | 2,30 | 2,28 | 4,91 | 4,79 | 0,983 | 1,014 |
| 6 | 0,414 | 0,436 | 8,07 | 8,49 | 2,28 | 2,27 | 4,23 | 4,34 | 0,871 | 0,893 |
| 7 | 0,470 | 0,467 | 8,27 | 8,50 | 2,20 | 2,22 | 4,56 | 4,45 | 0,877 | 0,934 |
| 8 | 0,462 | 0,429 | 8,45 | 8,35 | 2,35 | 2,36 | 4,87 | 4,27 | 0,948 | 0,966 |
| 9 | 0,437 | 0,421 | 7,90 | 8,30 | 2,16 | 2,13 | 3,92 | 5,00 | 0,781 | 0,816 |
| 10 | 0,427 | 0,474 | 8,18 | 8,35 | 2,20 | 2,22 | 4,37 | 4,55 | 0,890 | 0,872 |
| 11 | 0,471 | 0,518 | 8,77 | 8,78 | 2,30 | 2,32 | 4,97 | 4,52 | 0,805 | 1,037 |

Е.2.5.2 Среднее значение ячеек

Средние значения ячеек для определения содержания понсо 4R показаны в таблице Е.26.

Таблица Е.26 — Средние значения ячеек. Содержание понсо 4R

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,440 5 | 8,255 | 2,270 | 4,350 | 0,937 0 |
| 2 | 0,487 0 | 8,005 | 2,285 | 4,665 | 0,980 0 |
| 3 | 0,455 0 | 8,630 | 2,390 | 4,685 | 0,905 0 |
| 4 | 0,447 5 | 8,445 | 2,185 | 4,705 | 0,937 5 |
| 5 | 0,444 5 | 8,710 | 2,290 | 4,850 | 0,998 5 |
| 6 | 0,425 0 | 8,280 | 2,275 | 4,285 | 0,882 0 |
| 7 | 0,468 5 | 8,385 | 2,210 | 4,505 | 0,905 5 |
| 8 | 0,445 5 | 8,400 | 2,355 | 4,570 | 0,957 2 |
| 9 | 0,429 0 | 8,100 | 2,145 | 4,460 | 0,798 5 |
| 10 | 0,450 5 | 8,265 | 2,210 | 4,460 | 0,881 0 |
| 11 | 0,494 5 | 8,775 | 2,310 | 4,745 | 0,921 0 |

Е.2.5.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания понсо 4R показаны в таблице Е.27.

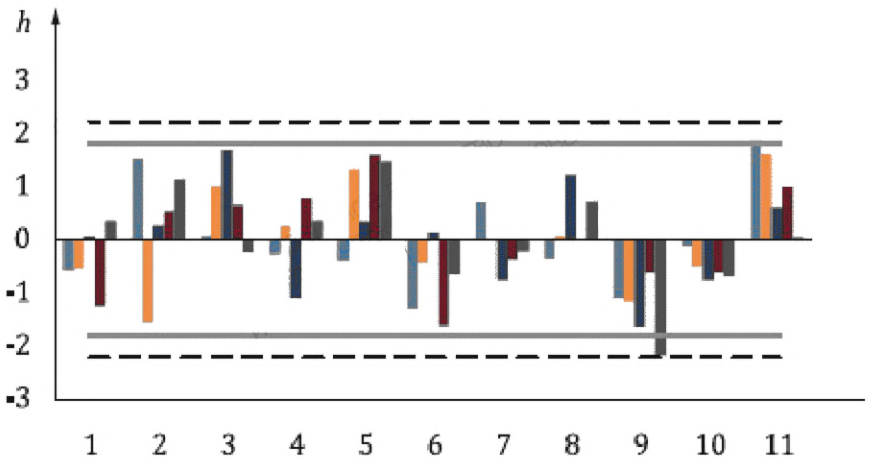
Таблица Е.27 — Абсолютные различия ячеек. Содержание понсо 4R

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,025 | 0,37 | 0,22 | 0,80 | 0,076 |
| 2 | 0,016 | 0,05 | 0,01 | 0,05 | 0,028 |
| 3 | 0,038 | 0,22 | 0,16 | 0,05 | 0,018 |
| 4 | 0,015 | 0,11 | 0,23 | 0,07 | 0,029 |
| 5 | 0,003 | 0,12 | 0,02 | 0,12 | 0,031 |
| 6 | 0,022 | 0,42 | 0,01 | 0,11 | 0,022 |
| 7 | 0,003 | 0,23 | 0,02 | 0,11 | 0,057 |
| 8 | 0,033 | 0,10 | 0,01 | 0,60 | 0,018 |
| 9 | 0,016 | 0,40 | 0,03 | 1,08 | 0,035 |
| 10 | 0,047 | 0,17 | 0,02 | 0,18 | 0,018 |
| 11 | 0,047 | 0,01 | 0,02 | 0,45 | 0,232 |

Е.2.5.4 Анализ результатов на согласованность и выбросы

Е.2.5.4.1 Метод графической согласованности по статистике *h* и *k* Манделя

См. рисунки Е.9 и Е.10.

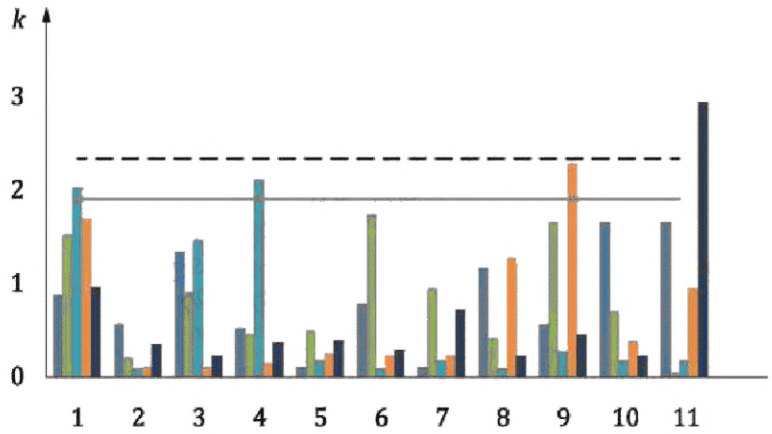



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

——— — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.9 — Содержание понсо 4R.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

——— — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.10 — Содержание понсо 4R.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

График *h* показывает, что в лаборатории 9 был отставший результат на уровне Е, как и в лаборатории 11 на уровне А, в то время как здесь не было обнаружено никаких выбросов.

График *k* показывает, что в лаборатории 1 и лаборатории 4 было два отстающих на уровне С, как и в лаборатории 9 на уровне D, а в лаборатории 11 был выброс на уровне Е. В качестве дополнительной проверки абсолютная разница между данными, измеренными лабораторией 11 уровень Е является самым большим, поэтому результат был отклонен.

Е.2.5.4.2 Тест Кокрана

Остальные данные используются для проведения следующего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия С, приведенные в таблице Е.28.

Применение теста Кокрана не подтверждает отсутствие отставания и выбросов.

Таблица Е.28 — Содержание понсо 4R. Значение теста Кокрана, критерий С

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,250 6 | 0,274 5 | 0,407 9 | 0,476 1 | 0,403 8 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,570 | 0,570 | 0,570 | 0,570 | 0,602 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,684 | 0,684 | 0,684 | 0,684 | 0,718 |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 11 | 11 | 11 | 10 |

Е.2.5.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним ячейкам дает значения статистического критерия G, показанные в таблице Е.29.

Применение критерия Граббса к средним значениям ячеек не подтверждает отсутствие отставания и выбросов.

Таблица Е.29 — Содержание понсо 4R. Применение теста Граббса к средним значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,296 | 1,875 | 0,643 3 | 0,284 3 |
| B | 11 | 1,571 | 1,601 | 0,530 1 | 0,470 5 |
| C | 11 | 1,649 | 1,693 | 0,521 9 | 0,471 8 |
| D | 11 | 1,630 | 1,591 | 0,482 7 | 0,574 0 |
| E | 10 | 2,078 | 1,394 | 0,370 7 | 0,571 9 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Е.2.5.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего значения ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания Понсо 4R в каждом образце дает значения, показанные в таблице Е.30.

Таблица Е.30 — Содержание понсо 4R. Расчетные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 11 | 11 | 11 | 10 |
| Общая средняя $m$ | 0,453 | 8,39 | 2,27 | 4,57 | 0,918 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,020 0 | 0,170 9 | 0,076 8 | 0,333 7 | 0,026 7 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,026 1 | 0,271 2 | 0,091 2 | 0,294 0 | 0,060 6 |

Е.2.5.6 Зависимость точности от общего среднего значения, $m$

Таблица Е.30 показывает, что нет очевидной зависимости между $s_r$ и $m$. Поэтому $m$ можно рассматривать как окончательное среднее значение, а среднее $s_r$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение воспроизводимости. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_R$ и $\log m$ следующим образом:

$\log s_R = 0{,}843\ 7 \log m - 1{,}250\ 8$, $R^2 = 0{,}938\ 0$.

Е.2.5.7 Итоговые значения точности

Точность метода измерения содержания Понсо 4R должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0\ 125\ 6$;
- $s_R = 0{,}056\ m^{0{,}84}$.

**Е.2.6 Желтый «солнечный закат» FCF**

Е.2.6.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания желтого «солнечного заката» FCF в образцах мяса. Результаты испытаний приведены в таблице Е.31.

Таблица Е.31 — Результаты оригинального испытания. Содержание желтого «солнечного заката» FCF

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,448 | 0,469 | 9,35 | 9,50 | 2,30 | 2,48 | 4,75 | 4,04 | 1,010 | 0,951 |
| 2 | 0,461 | 0,466 | 9,23 | 8,95 | 2,44 | 2,48 | 4,90 | 4,85 | 0,933 | 1,085 |
| 3 | 0,459 | 0,465 | 8,37 | 8,90 | 2,22 | 2,50 | 4,75 | 4,77 | 0,944 | 0,96 |
| 4 | 0,459 | 0,471 | 8,43 | 8,57 | 2,44 | 2,41 | 4,77 | 4,74 | 0,912 | 0,975 |
| 5 | 0,491 | 0,500 | 8,93 | 8,95 | 2,22 | 2,24 | 4,86 | 4,89 | 0,925 | 0,884 |
| 6 | 0,508 | 0,537 | 9,73 | 9,91 | 3,07 | 2,28 | 4,25 | 4,93 | 1,030 | 0,942 |
| 7 | 0,503 | 0,480 | 9,76 | 10,19 | 2,48 | 2,53 | 4,47 | 4,98 | 0,972 | 0,957 |
| 8 | 0,507 | 0,489 | 10,14 | 9,43 | 2,96 | 2,06 | 5,04 | 4,65 | 0,957 | 1,040 |
| 9 | 0,501 | 0,467 | 9,23 | 9,94 | 2,42 | 2,38 | 4,63 | 4,87 | 0,883 | 0,967 |
| 10 | 0,485 | 0,500 | 10,04 | 9,54 | 2,38 | 2,71 | 4,67 | 4,99 | 0,987 | 0,942 |
| 11 | 0,535 | 0,473 | 10,04 | 10,84 | 2,60 | 2,64 | 4,82 | 5,10 | 1,015 | 1,025 |

Е.2.6.2 Значения ячеек

Значения ячеек определения содержания желтого «солнечного заката» FCF приведены в таблице Е.32.

Таблица Е.32 — Значения ячеек. Содержание желтого «солнечного заката» FCF

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,458 5 | 9,425 | 2,390 | 4,395 | 0,980 5 |
| 2 | 0,463 5 | 9,090 | 2,460 | 4,875 | 1,009 0 |
| 3 | 0,462 0 | 8,635 | 2,360 | 4,760 | 0,970 0 |
| 4 | 0,465 0 | 8,500 | 2,425 | 4,755 | 0,943 5 |
| 5 | 0,495 5 | 8,940 | 2,230 | 4,875 | 0,904 5 |
| 6 | 0,522 5 | 9,820 | 2,675 | 4,590 | 0,986 0 |
| 7 | 0,491 5 | 9,975 | 2,505 | 4,725 | 0,964 5 |
| 8 | 0,498 0 | 9,785 | 2,510 | 4,845 | 0,998 5 |
| 9 | 0,484 0 | 9,585 | 2,400 | 4,750 | 0,925 0 |
| 10 | 0,492 5 | 9,790 | 2,545 | 4,830 | 0,964 5 |
| 11 | 0,504 0 | 10,440 | 2,620 | 4,960 | 1,020 0 |

Е.2.6.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания желтого «солнечного заката» FCF приведены в таблице Е.33.

Таблица Е.33 — Абсолютные различия ячеек. Содержание желтого «солнечного заката» FCF

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,021 | 0,15 | 0,18 | 0,71 | 0,059 |
| 2 | 0,005 | 0,28 | 0,04 | 0,05 | 0,152 |
| 3 | 0,006 | 0,53 | 0,28 | 0,02 | 0,052 |
| 4 | 0,012 | 0,14 | 0,03 | 0,03 | 0,063 |
| 5 | 0,009 | 0,02 | 0,02 | 0,03 | 0,041 |
| 6 | 0,029 | 0,18 | 0,79 | 0,68 | 0,088 |
| 7 | 0,023 | 0,43 | 0,05 | 0,51 | 0,015 |
| 8 | 0,018 | 0,71 | 0,90 | 0,39 | 0,083 |
| 9 | 0,034 | 0,71 | 0,04 | 0,24 | 0,084 |
| 10 | 0,015 | 0,50 | 0,33 | 0,32 | 0,045 |
| 11 | 0,062 | 0,80 | 0,04 | 0,28 | 0,010 |

E.2.6.4 Анализ результатов на предмет согласованности и отклонения от нормы

E.2.6.4.1 Метод графической согласованности с помощью статистик Манделя *h* и *k*

См. рисунки E.11 и E.12.

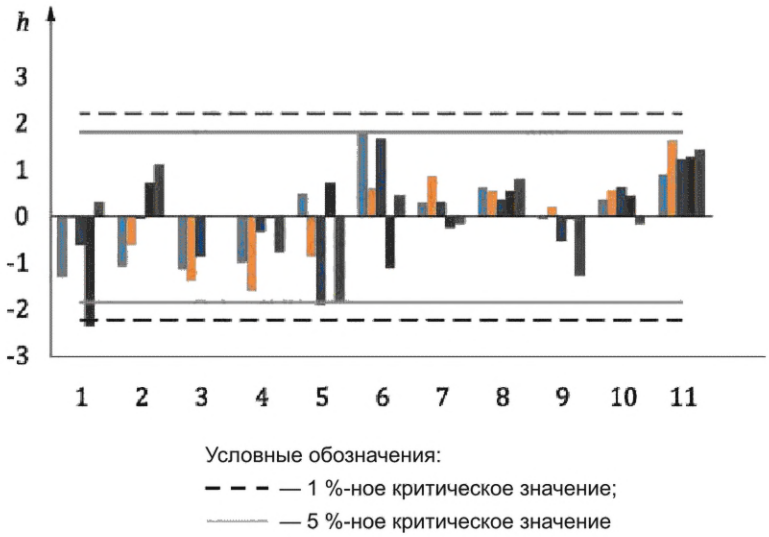



Рисунок E.11 — Содержание желтого «солнечного заката» FCF.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям

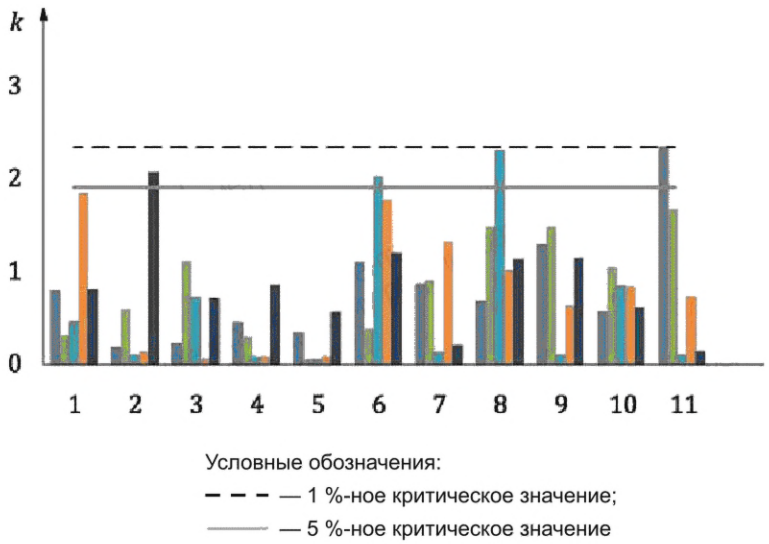



Рисунок E.12 — Содержание желтого «солнечного заката» FCF.
Статистика внутрилабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

На графике *h* показано, что в лаборатории 5 было два отсева на уровнях C и E, а в лаборатории 1 был выброс на уровне D. В качестве дальнейшей валидации лаборатория 1 получила более низкий результат теста, чем другие лаборатории на уровне D, и поэтому результат был отклонен.

График *k* показывает, что лаборатория 2 имела отклонение на уровне E, как и лаборатория 6, лаборатория 8 имела два отклонения на уровне C, а лаборатория 11 имела отклонение на уровне A. В качестве дальнейшего подтверждения абсолютная разница между данными, измеренными лабораторией 11 на уровне A, является наибольшей, и поэтому результат был отвергнут.

E.2.6.4.2 Тест Кокрана

E.2.6.4.2.1 Общий

Оставшиеся данные используются для проведения дальнейшего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия C, приведенные в таблице E.34.

Таблица E.34 — Содержание желтого «солнечного заката» FCF. Значение теста Кокрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,304 1 | 0,254 2 | 0,487 2 | 0,413 7 | 0,391 7 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,602 | 0,570 | 0,570 | 0,602 | 0,570 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,718 | 0,684 | 0,684 | 0,718 | 0,684 |
| Количество лабораторий, *p* | 10 | 11 | 11 | 10 | 11 |

Применение теста Кокрана подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

E.2.6.4.2.2 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек привело к значениям статистического критерия G, показанным в таблице E.35.

Таблица E.35 — Содержание желтого «солнечного заката» FCF. Применение теста Граббса к значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 10 | 1,199 | 1,895 | 0,653 4 | 0,450 4 |
| B | 11 | 1,590 | 1,646 | 0,464 2 | 0,583 1 |
| C | 11 | 1,886 | 1,678 | 0,490 1 | 0,470 6 |
| D | 10 | 2,005 | 1,587 | 0,398 8 | 0,578 9 |
| E | 11 | 1,859 | 1,437 | 0,383 0 | 0,594 3 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение теста Граббса к значениям ячеек подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.6.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего значения ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания желтого «солнечного заката» FCF в каждом образце дает значения, показанные в таблице Е.36.

Таблица Е.36 — Содержание желтого «солнечного заката» FCF. Вычисленные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 10 | 11 | 11 | 10 | 11 |
| Общая средняя $m$ | 0,483 | 9,45 | 2,47 | 4,80 | 0,970 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,013 8 | 0,338 3 | 0,274 9 | 0,236 4 | 0,051 8 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,022 9 | 0,645 6 | 0,231 0 | 0,196 4 | 0,050 7 |

Е.2.6.6 Зависимость точности от общего среднего значения $m$

Таблица Е.36 показывает, что нет очевидной зависимости между $s_r$ и $m$. Поэтому $m$ можно рассматривать как окончательное среднее значение, а среднее $s_r$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение воспроизводимости. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_R$ и $\log m$ следующим образом:

$\log s_R = 1{,}072\ 7 \log m - 1{,}262\ 7$, $R_2 = 0{,}942\ 6$.

Е.2.6.7 Итоговые значения точности

Точность метода измерения содержания желтого «солнечного заката» FCF должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}183\ 0$;
- $s_R = 0{,}055\ m^{1{,}07}$.

**Е.2.7 Красный очаровательный АС**

Е.2.7.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания аллюры красного АС в образцах мяса. Результаты испытаний приведены в таблице Е.37.

Таблица Е.37 — Результаты оригинальных испытаний. Содержание Аллюры красного АС

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,469 | 0,451 | 9,15 | 9,91 | 2,26 | 2,44 | 4,86 | 3,93 | 1,017 | 0,977 |
| 2 | 0,496 | 0,47 | 8,6 | 8,57 | 2,31 | 2,0 | 4,97 | 5,10 | 0,978 | 0,989 |
| 3 | 0,481 | 0,509 | 9,20 | 9,8 | 2,3 | 2,13 | 4,74 | 5,14 | 0,990 | 0,953 |
| 4 | 0,493 | 0,534 | 9,32 | 9,01 | 2,38 | 2,33 | 4,97 | 4,92 | 0,950 | 0,918 |
| 5 | 0,467 | 0,486 | 9,51 | 9,28 | 2,51 | 2,57 | 4,87 | 4,77 | 0,937 | 0,954 |
| 6 | 0,453 | 0,496 | 9,83 | 9,82 | 3,05 | 3,44 | 4,65 | 4,75 | 0,940 | 0,977 |
| 7 | 0,487 | 0,508 | 10,16 | 10,14 | 2,65 | 2,41 | 4,99 | 4,57 | 0,902 | 0,967 |
| 8 | 0,499 | 0,486 | 9,90 | 10,03 | 2,46 | 2,88 | 4,74 | 4,92 | 0,954 | 0,971 |
| 9 | 0,495 | 0,470 | 9,34 | 9,94 | 2,47 | 3,32 | 4,54 | 4,87 | 0,852 | 0,888 |
| 10 | 0,531 | 0,518 | 10,07 | 10,02 | 2,53 | 2,89 | 4,71 | 4,79 | 0,948 | 0,919 |
| 11 | 0,533 | 0,511 | 10,65 | 10,09 | 2,60 | 2,79 | 4,89 | 5,13 | 0,952 | 1,240 |

Е.2.7.2 Значения ячеек

Значения ячеек определения содержания аллюры красного АС приведены в таблице Е.38.

Таблица Е.38 — Значения ячеек. Содержание аллюры красного АС

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,460 0 | 9,530 | 2,350 | 4,395 | 0,997 0 |
| 2 | 0,487 5 | 8,590 | 2,195 | 5,035 | 0,983 5 |
| 3 | 0,495 0 | 9,535 | 2,255 | 4,940 | 0,971 5 |
| 4 | 0,513 5 | 9,165 | 2,355 | 4,945 | 0,934 0 |
| 5 | 0,476 5 | 9,395 | 2,540 | 4,820 | 0,945 5 |
| 6 | 0,474 5 | 9,825 | 3,245 | 4,700 | 0,958 5 |
| 7 | 0,497 5 | 10,150 | 2,530 | 4,780 | 0,934 5 |
| 8 | 0,492 5 | 9,965 | 2,670 | 4,830 | 0,962 5 |
| 9 | 0,482 5 | 9,640 | 2,895 | 4,705 | 0,870 0 |
| 10 | 0,524 5 | 10,045 | 2,710 | 4,750 | 0,933 5 |
| 11 | 0,522 0 | 10,370 | 2,695 | 5,010 | 1,096 0 |

Е.2.7.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания аллюры красного АС приведены в таблице Е.39.

Таблица Е.39 — Абсолютные различия ячеек. Содержание аллюры красного АС

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,018 | 0,76 | 0,18 | 0,93 | 0,040 |
| 2 | 0,017 | 0,04 | 0,23 | 0,13 | 0,011 |
| 3 | 0,028 | 0,67 | 0,25 | 0,40 | 0,037 |
| 4 | 0,041 | 0,31 | 0,05 | 0,05 | 0,032 |
| 5 | 0,019 | 0,23 | 0,06 | 0,10 | 0,017 |
| 6 | 0,043 | 0,01 | 0,39 | 0,10 | 0,037 |
| 7 | 0,021 | 0,02 | 0,24 | 0,42 | 0,065 |
| 8 | 0,013 | 0,13 | 0,42 | 0,18 | 0,017 |
| 9 | 0,025 | 0,60 | 0,85 | 0,33 | 0,036 |
| 10 | 0,013 | 0,05 | 0,36 | 0,08 | 0,029 |
| 11 | 0,022 | 0,56 | 0,19 | 0,24 | 0,288 |

E.2.7.4 Анализ результатов на предмет согласованности и отклонения от нормы

E.2.7.4.1 Метод графической согласованности с помощью статистик Манделя *h* и *k*

См. рисунки E.13 и E.14.




Рисунок E.13 — Содержание аллюры красного AC.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям

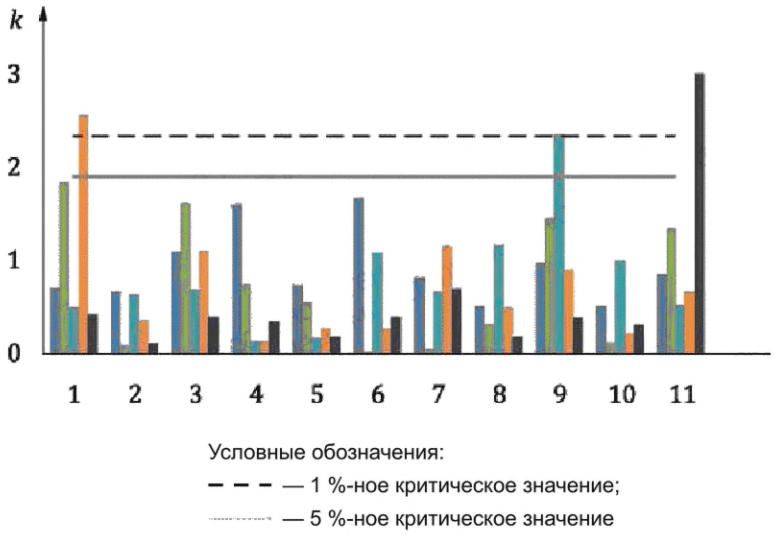



Рисунок E.14 — Содержание аллюры красного AC.
Статистика внутрилабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

На графике *h* видно, что лаборатория 2 имела отклонение на уровне B, как и лаборатория 6 на уровне C, а лаборатория 1 и лаборатория 11 имели два отклонения на уровнях D и E, соответственно. В качестве дополнительной проверки лаборатория 1 получила более низкий результат теста, чем другие лаборатории, на уровне D, а лаборатория 11 получила самый высокий результат теста на уровне E, и поэтому результаты были отклонены.

График *k* показывает, что в лаборатории 1 не было отклонений, в то время как в лаборатории 1 был выброс на уровне D, в лаборатории 9 на уровне C и в лаборатории 11 на уровне E. В качестве дальнейшего подтверждения абсолютная разница между данными, измеренными в лаборатории 1 на уровне D, в лаборатории 9 на уровне C и в лаборатории 11 на уровне E, является наибольшей, и поэтому результаты были отвергнуты.

E.2.7.4.2 Тест Кокрана

Оставшиеся данные используются для проведения дальнейшего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия C, приведенные в таблице E.40.

Таблица E.40 — Содержание аллюры красного AC. Значение теста Кокрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,257 7 | 0,308 8 | 0,250 0 | 0,303 6 | 0,340 1 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,570 | 0,570 | 0,602 | 0,602 | 0,602 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,684 | 0,684 | 0,718 | 0,718 | 0,718 |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 11 | 10 | 10 | 10 |

Применение теста Кокрана подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

E.2.7.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек привело к значениям статистического критерия G, показанным в таблице E.41.

Таблица E.41 — Содержание аллюры красного AC. Применение теста Граббса к значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,639 | 1,538 | 0,572 8 | 0,466 2 |
| B | 11 | 2,129 | 1,428 | 0,343 6 | 0,633 8 |
| C | 10 | 1,180 | 2,266 | 0,672 9 | 0,293 2 |
| D | 10 | 1,229 | 1,489 | 0,593 8 | 0,462 8 |
| E | 10 | 2,241 | 1,359 | 0,320 7 | 0,613 0 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение теста Граббса к значениям ячеек подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.7.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания Аллюры красного АС в каждом образце дает значения, приведенные в таблице Е.42.

Таблица Е.42 — Содержание аллюры красного АС. Вычисленные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 11 | 10 | 10 | 10 |
| Общая средняя $m$ | 0,493 | 9,66 | 2,55 | 4,85 | 0,949 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,018 1 | 0,291 6 | 0,187 8 | 0,170 5 | 0,024 9 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,024 0 | 0,541 4 | 0,332 4 | 0,172 4 | 0,039 4 |

Е.2.7.6 Зависимость точности от общего среднего значения $m$

Таблица Е.42 показывает, что нет очевидной зависимости между $s_r$ и $m$. Поэтому $m$ можно рассматривать как окончательное среднее значение, а среднее $s_r$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение воспроизводимости. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_R$ и $\log m$ следующим образом:

$\log s_r = 1{,}011\ 1 \log m - 1{,}428\ 8$, $R^2 = 0{,}903\ 4$.

Е.2.7.7 Окончательные значения точности

Точность метода измерения содержания Аллюры красного АС должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}037\ m^{1{,}01}$;
- $s_R = 0{,}221\ 9$.

**Е.2.8 Синий блестящий FCF**

Е.2.8.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания синего блестящего FCF в образцах мяса. Результаты испытаний представлены в таблице Е.43.

Таблица Е.43 — Результаты оригинального теста. Содержание синего блестящего FCF

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,384 | 0,367 | 7,78 | 7,99 | 2,13 | 2,01 | 5,28 | 4,62 | 0,868 | 0,833 |
| 2 | 0,395 | 0,404 | 8,47 | 8,40 | 2,06 | 2,25 | 4,18 | 3,79 | 0,886 | 0,81 |
| 3 | 0,405 | 0,418 | 7,78 | 7,83 | 2,21 | 2,28 | 4,20 | 4,25 | 0,844 | 0,843 |
| 4 | 0,403 | 0,407 | 7,74 | 7,47 | 2,01 | 1,94 | 4,07 | 4,11 | 0,815 | 0,828 |
| 5 | 0,383 | 0,392 | 8,01 | 8,16 | 1,98 | 2,09 | 3,84 | 4,00 | 0,793 | 0,811 |
| 6 | 0,427 | 0,395 | 8,19 | 7,98 | 1,99 | 2,42 | 3,87 | 4,21 | 0,768 | 0,826 |
| 7 | 0,401 | 0,372 | 8,09 | 8,40 | 2,34 | 1,88 | 3,88 | 4,04 | 0,797 | 0,762 |
| 8 | 0,387 | 0,418 | 8,08 | 8,33 | 1,79 | 2,20 | 3,87 | 4,19 | 0,839 | 0,879 |
| 9 | 0,407 | 0,361 | 7,61 | 8,03 | 2,37 | 1,84 | 3,78 | 4,01 | 0,770 | 0,809 |
| 10 | 0,385 | 0,403 | 8,31 | 8,09 | 1,94 | 2,21 | 3,97 | 4,03 | 0,858 | 0,787 |
| 11 | 0,420 | 0,397 | 8,48 | 8,75 | 2,03 | 2,22 | 4,22 | 4,20 | 0,803 | 0,844 |

Е.2.8.2 Значения ячеек

Значения ячеек определения содержания синего блестящего FCF приведены в таблице Е.44.

Таблица Е.44 — Значения ячеек. Содержание синего блестящего FCF

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,375 5 | 7,885 | 2,070 | 4,950 | 0,850 5 |
| 2 | 0,399 5 | 8,435 | 2,155 | 3,985 | 0,863 5 |
| 3 | 0,411 5 | 7,805 | 2,245 | 4,225 | 0,843 5 |
| 4 | 0,405 0 | 7,605 | 1,975 | 4,090 | 0,821 5 |
| 5 | 0,387 5 | 8,085 | 2,035 | 3,920 | 0,802 0 |
| 6 | 0,411 0 | 8,085 | 2,205 | 4,040 | 0,797 0 |
| 7 | 0,386 5 | 8,245 | 2,110 | 3,960 | 0,779 5 |
| 8 | 0,402 5 | 8,205 | 1,995 | 4,030 | 0,859 0 |
| 9 | 0,384 0 | 7,820 | 2,105 | 3,895 | 0,789 5 |
| 10 | 0,394 0 | 8,200 | 2,075 | 4,000 | 0,822 5 |
| 11 | 0,408 5 | 8,615 | 2,125 | 4,210 | 0,823 5 |

Е.2.8.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания синего блестящего FCF приведены в таблице Е.45.

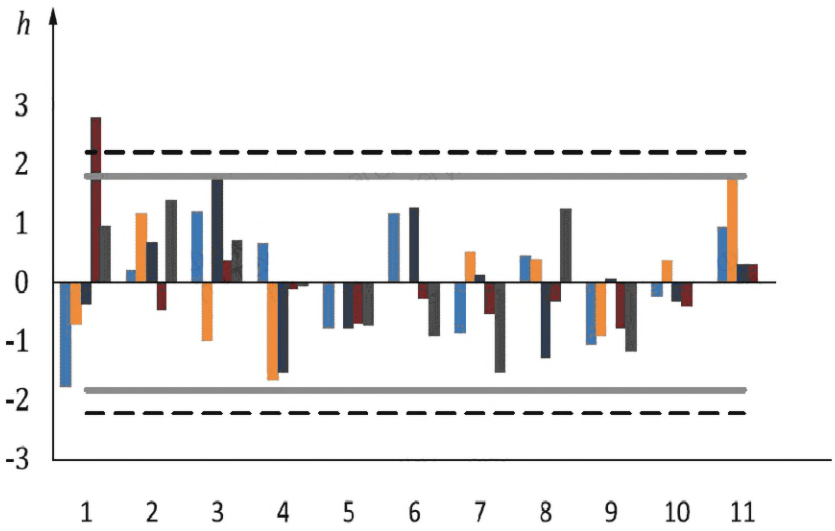
Таблица Е.45 — Абсолютные различия ячеек. Содержание синего блестящего FCF

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,017 | 0,21 | 0,12 | 0,66 | 0,035 |
| 2 | 0,009 | 0,07 | 0,19 | 0,39 | 0,045 |
| 3 | 0,013 | 0,05 | 0,07 | 0,05 | 0,001 |
| 4 | 0,004 | 0,27 | 0,07 | 0,04 | 0,013 |
| 5 | 0,009 | 0,15 | 0,11 | 0,16 | 0,018 |
| 6 | 0,032 | 0,21 | 0,43 | 0,34 | 0,058 |
| 7 | 0,029 | 0,31 | 0,46 | 0,16 | 0,035 |
| 8 | 0,031 | 0,25 | 0,41 | 0,32 | 0,040 |
| 9 | 0,046 | 0,42 | 0,53 | 0,23 | 0,039 |
| 10 | 0,018 | 0,22 | 0,27 | 0,06 | 0,071 |
| 11 | 0,023 | 0,27 | 0,19 | 0,02 | 0,041 |

Е.2.8.4 Анализ результатов на предмет согласованности и отклонения от нормы

Е.2.8.4.1 Метод графической согласованности с помощью статистик Манделя *h* и *k*

См. рисунки Е.15 и Е.16.

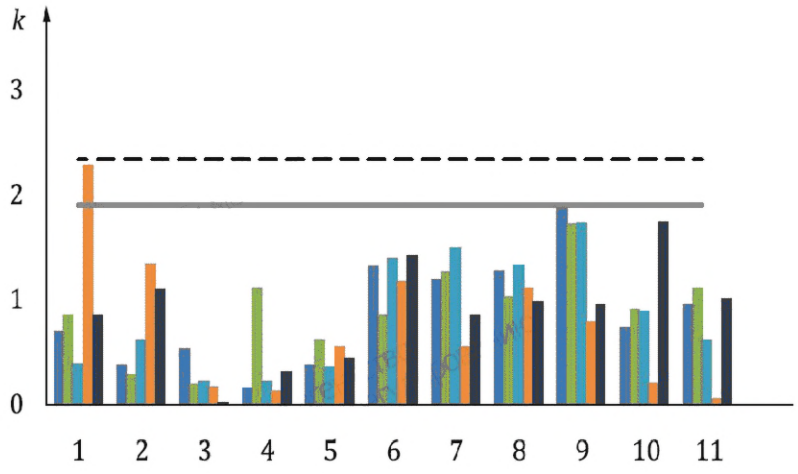



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

..... — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.15 — Содержание синего блестящего FCF.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

..... — 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.16 — Содержание FCF синего блестящего FCF.
Статистика внутрилабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

График *h* показывает, что не было обнаружено ни одного отклонения, в то время как в лаборатории 1 был выброс на уровне D. В качестве дальнейшего подтверждения лаборатория 1 получила самый высокий результат теста на уровне D, и поэтому результат был отвергнут.

График *k* показывает, что лаборатория 1 имела отклоняющийся результат на уровне D, в то время как в данном случае отклоняющийся результат не был обнаружен.

E.2.8.4.2 Тест Кокрана

Оставшиеся данные используются для проведения дальнейшего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия C, приведенные в таблице E.46.

Таблица E.46 — Содержание синего блестящего FCF. Значение теста Кокрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,329 0 | 0,272 5 | 0,273 5 | 0,315 4 | 0,277 3 |
| Отставание ($n$ = 2) | 0,570 | 0,57 | 0,570 | 0,602 | 0,570 |
| Выбросы ($n$ = 2) | 0,684 | 0,684 | 0,684 | 0,718 | 0,684 |
| Количество лабораторий *p* | 11 | 11 | 11 | 10 | 11 |

Применение теста Кокрана подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

E.2.8.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек дает значения статистического критерия G, показанные в таблице E.47.

Таблица E.47 — Содержание синего блестящего FCF. Применение теста Граббса к значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,756 | 1,203 | 0,491 7 | 0,658 0 |
| B | 11 | 1,638 | 1,776 | 0,564 2 | 0,452 0 |
| C | 11 | 1,508 | 1,761 | 0,527 0 | 0,424 3 |
| D | 10 | 1,260 | 1,699 | 0,631 4 | 0,259 4 |
| E | 11 | 1,512 | 1,413 | 0,556 7 | 0,563 0 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| $p$ = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| $p$ = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| $p$ = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| $p$ = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение теста Граббса к значениям ячеек подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.8.5 Расчет общего среднего значения и стандартного отклонения

Расчет общего среднего значения ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания синего блестящего FCF в каждом образце дает значения, приведенные в таблице Е.48.

Таблица Е.48 — Содержание синего блестящего FCF. Вычисленные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 11 | 11 | 10 | 11 |
| Общая средняя $m$ | 0,397 | 8,09 | 2,10 | 4,04 | 0,823 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,017 1 | 0,171 5 | 0,216 0 | 0,155 3 | 0,028 7 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,017 1 | 0,319 8 | 0,173 7 | 0,156 5 | 0,035 2 |

Е.2.8.6 Зависимость точности от общего среднего значения, $m$

Таблица Е.48 показывает, что нет очевидной зависимости между $s_r$ и $m$. Поэтому $m$ можно рассматривать как окончательное среднее значение, а среднее $s_r$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение воспроизводимости. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_R$ и $\log m$ следующим образом:

$\log s_R = 0{,}978\ 1 \log m - 1{,}320\ 1$, $R^2 = 0{,}933\ 1$.

Е.2.8.7 Итоговые значения точности

Точность метода измерения содержания синего блестящего FCF должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}117\ 7$;
- $s_R = 0{,}048\ m^{0{,}98}$.

**Е.2.9 Кармуазин**

Е.2.9.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания кармуазина в образцах мяса. Результаты испытаний приведены в таблице Е.49.

Таблица Е.49 — Результаты оригинальных испытаний. Содержание кармуазина

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,394 | 0,390 | 8,20 | 8,45 | 2,53 | 2,21 | 4,56 | 3,54 | 0,892 | 0,877 |
| 2 | 0,386 | 0,411 | 8,57 | 8,40 | 2,44 | 2,52 | 4,39 | 4,17 | 0,875 | 0,813 |
| 3 | 0,394 | 0,401 | 8,16 | 8,17 | 2,29 | 2,44 | 4,39 | 4,66 | 0,890 | 0,854 |
| 4 | 0,399 | 0,441 | 8,24 | 8,23 | 2,50 | 2,27 | 4,59 | 4,50 | 0,867 | 0,860 |
| 5 | 0,421 | 0,434 | 7,93 | 8,11 | 2,28 | 2,18 | 4,23 | 4,25 | 0,805 | 0,815 |
| 6 | 0,429 | 0,470 | 7,58 | 9,56 | 2,42 | 2,39 | 4,15 | 4,14 | 0,831 | 0,800 |
| 7 | 0,439 | 0,498 | 8,86 | 8,87 | 2,46 | 2,27 | 4,29 | 4,29 | 0,809 | 0,781 |
| 8 | 0,478 | 0,405 | 8,76 | 8,65 | 2,30 | 2,27 | 4,01 | 4,61 | 0,855 | 0,877 |
| 9 | 0,458 | 0,419 | 8,32 | 8,73 | 1,82 | 2,64 | 3,99 | 4,61 | 0,750 | 0,794 |
| 10 | 0,501 | 0,438 | 8,56 | 8,93 | 2,36 | 2,41 | 4,20 | 4,37 | 0,836 | 0,770 |
| 11 | 0,431 | 0,539 | 9,57 | 8,96 | 2,57 | 2,33 | 4,48 | 4,53 | 0,836 | 0,813 |

E.2.9.2 Значения ячеек

Значения ячеек определения содержания кармуазина приведены в таблице E.50.

Таблица E.50 — Значения ячеек. Содержание кармуазина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,392 0 | 8,323 | 2,370 | 4,050 | 0,884 5 |
| 2 | 0,398 5 | 8,485 | 2,480 | 4,280 | 0,844 0 |
| 3 | 0,397 5 | 8,165 | 2,365 | 4,525 | 0,872 0 |
| 4 | 0,420 0 | 8,235 | 2,385 | 4,545 | 0,863 5 |
| 5 | 0,427 5 | 8,020 | 2,230 | 4,240 | 0,810 0 |
| 6 | 0,449 5 | 8,570 | 2,405 | 4,145 | 0,815 5 |
| 7 | 0,468 5 | 8,865 | 2,365 | 4,290 | 0,795 0 |
| 8 | 0,441 5 | 8,705 | 2,285 | 4,310 | 0,866 0 |
| 9 | 0,438 5 | 8,525 | 2,230 | 4,300 | 0,772 0 |
| 10 | 0,469 5 | 8,745 | 2,385 | 4,285 | 0,803 0 |
| 11 | 0,485 0 | 9,265 | 2,450 | 4,505 | 0,824 5 |

E.2.9.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания кармуазина приведены в таблице E.51.

Таблица E.51 — Абсолютные различия ячеек. Содержание кармуазина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,004 | 0,25 | 0,32 | 1,02 | 0,015 |
| 2 | 0,025 | 0,17 | 0,08 | 0,22 | 0,062 |
| 3 | 0,007 | 0,01 | 0,15 | 0,27 | 0,036 |
| 4 | 0,042 | 0,01 | 0,23 | 0,09 | 0,007 |
| 5 | 0,013 | 0,18 | 0,10 | 0,02 | 0,010 |
| 6 | 0,041 | 1,98 | 0,03 | 0,01 | 0,031 |
| 7 | 0,059 | 0,01 | 0,19 | 0,00 | 0,028 |
| 8 | 0,073 | 0,11 | 0,03 | 0,60 | 0,022 |
| 9 | 0,039 | 0,41 | 0,82 | 0,62 | 0,044 |
| 10 | 0,063 | 0,37 | 0,05 | 0,17 | 0,066 |
| 11 | 0,108 | 0,61 | 0,24 | 0,05 | 0,023 |

E.2.9.4 Проверка результатов на согласованность и выбросы

E.2.9.4.1 Графическая техника согласованности с помощью *h* и *k* статистики Манделя

См. рисунки E.17 и E.18.

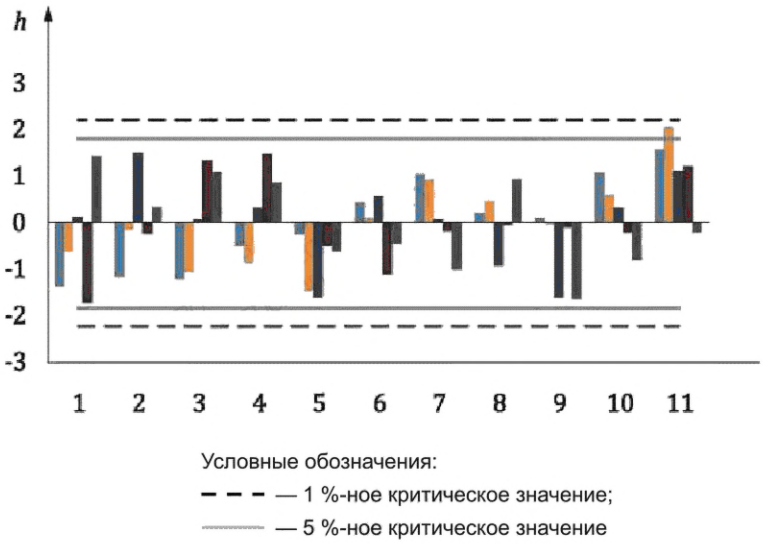



Рисунок E.17 — Содержание кармуазина.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям

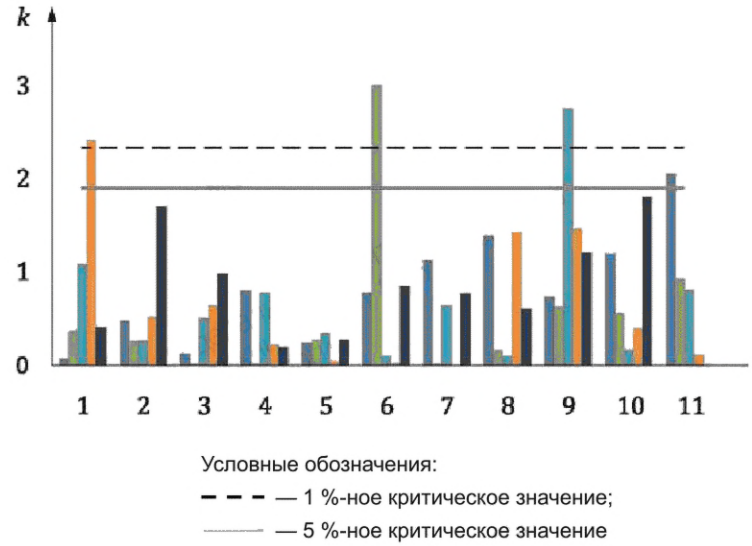



Рисунок E.18 — Содержание кармуазина.
Статистика внутрилабораторной согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям

График *h* показывает, что лаборатория 11 имела отклонение на уровне B, в то время как в данном случае отклонение не было обнаружено.

График *k* показывает, что лаборатория 11 имеет отклонение на уровне A, в то время как лаборатория 1 имеет отклонение на уровне D, лаборатория 6 на уровне B и лаборатория 9 на уровне C. В качестве дополнительной проверки, абсолютная разница между данными, измеренными лабораторией 1 на уровне D, лабораторией 6 на уровне B и лабораторией 9 на уровне C, является наибольшей, и поэтому результаты были отклонены.

E.2.9.4.2 Тест Кокрана

Оставшиеся данные используются для проведения дальнейшего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия C, приведенные в таблице E.52.

Таблица E.52 — Содержание кармуазина. Значение теста Кохрана, критерий C

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,385 4 | 0,458 6 | 0,350 4 | 0,424 4 | 0,299 1 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,570 | 0,602 | 0,602 | 0,602 | 0,570 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,684 | 0,718 | 0,718 | 0,718 | 0,684 |
| Количество лабораторий, *p* | 11 | 10 | 10 | 10 | 11 |

Применение теста Кокрана подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

E.2.9.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним значениям ячеек дает значения статистического критерия G, показанные в таблице E.53.

Таблица E.53 — Содержание кармуазина. Применение теста Граббса к значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 11 | 1,372 | 1,577 | 0,594 9 | 0,554 8 |
| B | 10 | 1,375 | 1,960 | 0,604 4 | 0,372 8 |
| C | 10 | 1,965 | 1,494 | 0,270 6 | 0,530 5 |
| D | 10 | 1,467 | 1,504 | 0,627 4 | 0,430 6 |
| E | 11 | 1,642 | 1,446 | 0,550 0 | 0,597 0 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Применение теста Граббса к значениям ячеек подтверждает отсутствие отставаний и выбросов.

Е.2.9.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего значения ($m$) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания кармуазина в каждом образце дает значения, приведенные в таблице Е.54.

Таблица Е.54 — Содержание кармуазина. Вычисленные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 11 | 10 | 10 | 10 | 11 |
| Общая средняя $m$ | 0,435 | 8,53 | 2,37 | 4,34 | 0,832 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,037 1 | 0,201 4 | 0,120 9 | 0,212 8 | 0,025 7 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,041 0 | 0,399 6 | 0,111 9 | 0,201 9 | 0,040 7 |

Е.2.9.6 Зависимость точности от общего среднего значения $m$

Таблица Е.54 показывает, что нет очевидной зависимости между $s_r$ и $m$. Поэтому $m$ можно рассматривать как окончательное среднее значение, а среднее $s_r$ пяти матриц — как окончательное стандартное отклонение повторяемости. Фактический расчет демонстрирует линейную зависимость между $s_R$ и $m$ следующим образом:

$s_R = 0{,}045\ 3\ m + 0{,}009\ 3$, $R^2 = 0{,}997\ 4$.

Е.2.9.7 Итоговые значения точности

Точность метода измерения содержания кармуазина должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}119\ 6$;
- $s_R = 0{,}045\ 3\ m + 0{,}009\ 3$.

**Е.2.10 Эритрозин**

Е.2.10.1 Исходные результаты испытаний

Одиннадцать лабораторий участвовали в определении содержания эритрозина в образцах мяса. Результаты тестов представлены в таблице Е.55. Из-за нестабильности, эритрозин с низким уровнем легко разлагался. Поэтому результаты лабораторий 6, 10 и 11 на уровне А, которые были явно ненадежными, не использовались.

Таблица Е.55 — Результаты оригинального теста. Содержание эритрозина

| Лаборатория $i$ | Уровень $j$, мг/кг | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | | B | | C | | D | | E | |
| 1 | 0,349 | 0,372 | 7,61 | 7,32 | 1,82 | 1,99 | 4,15 | 3,41 | 0,776 | 0,750 |
| 2 | 0,366 | 0,388 | 7,37 | 7,21 | 2,00 | 1,79 | 3,99 | 3,76 | 0,746 | 0,770 |
| 3 | 0,379 | 0,398 | 8,10 | 8,19 | 1,98 | 2,04 | 3,85 | 3,77 | 0,789 | 0,771 |
| 4 | 0,357 | 0,344 | 7,26 | 7,01 | 1,96 | 1,87 | 3,65 | 3,4 | 0,738 | 0,748 |
| 5 | 0,349 | 0,372 | 7,21 | 7,15 | 1,88 | 1,99 | 3,78 | 3,54 | 0,743 | 0,759 |
| 6 | — | — | 8,26 | 7,95 | 1,86 | 1,80 | 4,02 | 3,81 | — | — |
| 7 | 0,370 | 0,356 | 7,43 | 7,46 | 1,86 | 1,98 | 3,76 | 3,59 | 0,719 | 0,742 |
| 8 | 0,390 | 0,394 | 7,96 | 7,84 | 1,92 | 1,79 | 4,03 | 3,75 | 0,797 | 0,772 |
| 9 | 0,396 | 0,375 | 6,64 | 6,99 | 1,71 | 1,81 | 3,41 | 3,61 | 0,790 | 0,762 |
| 10 | — | — | 6,20 | 6,54 | 1,42 | 1,42 | 3,27 | 3,34 | — | — |
| 11 | — | — | 7,19 | 7,29 | 1,55 | 1,56 | 3,53 | 3,79 | — | — |

E.2.10.2 Значения ячеек

Значения ячеек определения содержания эритрозина приведены в таблице E.56.

Таблица E.56 — Значения ячеек. Содержание эритрозина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,360 5 | 7,465 | 1,905 | 3,780 | 0,763 0 |
| 2 | 0,377 0 | 7,290 | 1,895 | 3,875 | 0,758 0 |
| 3 | 0,388 5 | 8,145 | 2,010 | 3,810 | 0,780 0 |
| 4 | 0,350 5 | 7,135 | 1,915 | 3,525 | 0,743 0 |
| 5 | 0,360 5 | 7,180 | 1,935 | 3,660 | 0,751 0 |
| 6 | — | 8,105 | 1,830 | 3,915 | — |
| 7 | 0,363 0 | 7,445 | 1,920 | 3,675 | 0,730 5 |
| 8 | 0,392 0 | 7,900 | 1,855 | 3,890 | 0,784 5 |
| 9 | 0,385 5 | 6,815 | 1,760 | 3,510 | 0,776 0 |
| 10 | — | 6,370 | 1,420 | 3,305 | — |
| 11 | — | 7,240 | 1,555 | 3,660 | — |

E.2.10.3 Абсолютные различия ячеек

Абсолютные различия ячеек при определении содержания эритрозина приведены в таблице E.57.

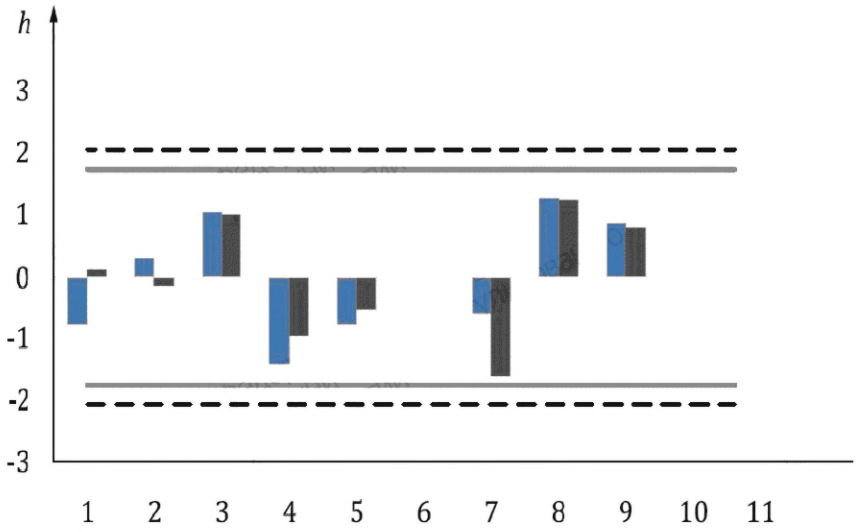
Таблица E.57 — Абсолютные различия ячеек. Содержание эритрозина

| Лаборатория *i* | Уровень *j*, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| 1 | 0,023 | 0,29 | 0,17 | 0,74 | 0,026 |
| 2 | 0,022 | 0,16 | 0,21 | 0,23 | 0,024 |
| 3 | 0,019 | 0,09 | 0,06 | 0,08 | 0,018 |
| 4 | 0,013 | 0,25 | 0,09 | 0,25 | 0,010 |
| 5 | 0,023 | 0,06 | 0,11 | 0,24 | 0,016 |
| 6 | — | 0,31 | 0,06 | 0,21 | — |
| 7 | 0,014 | 0,03 | 0,12 | 0,17 | 0,023 |
| 8 | 0,004 | 0,12 | 0,13 | 0,28 | 0,025 |
| 9 | 0,021 | 0,35 | 0,10 | 0,20 | 0,028 |
| 10 | — | 0,34 | 0,00 | 0,07 | — |
| 11 | — | 0,10 | 0,01 | 0,26 | — |

E.2.10.4 Проверка результатов на согласованность и выбросы

E.2.10.4.1 Графическая техника согласованности с помощью *h* и *k* статистики Манделя

На уровнях A и E были получены результаты из 8 валидных лабораторий, а на других уровнях — из 11 валидных лабораторий. Показатели *h* и *k* статистики Манделя при 1 % и 5 % уровне значимости связаны с количеством достоверных лабораторий. Поэтому графики *h* и *k* Манделя для уровней A и E показаны на рисунках E.19 и E.20. Графики *h* и *k* для уровней B, C и D показаны на рисунках E.21 и E.22.

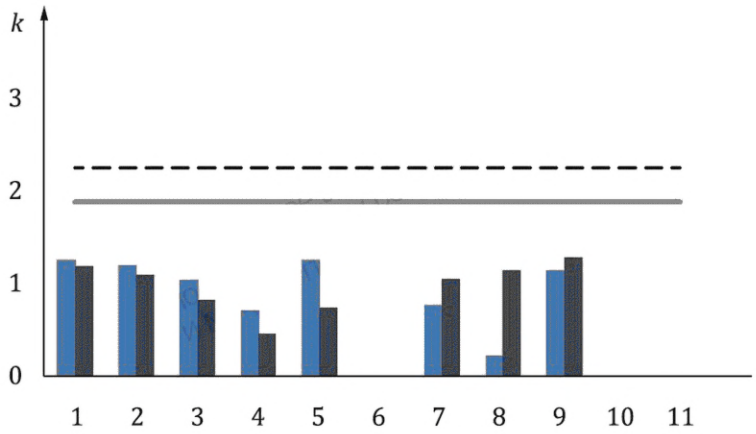



Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

— 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.19 — Содержание эритрозина.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*,
сгруппированная по лабораториям (уровни А и Е)




Условные обозначения:

— — — — 1 %-ное критическое значение;

— 5 %-ное критическое значение

Рисунок Е.20 — Содержание эритрозина.
Статистика внутрилабораторной согласованности Манделя *k*,
сгруппированная по лабораториям (уровни А и Е)

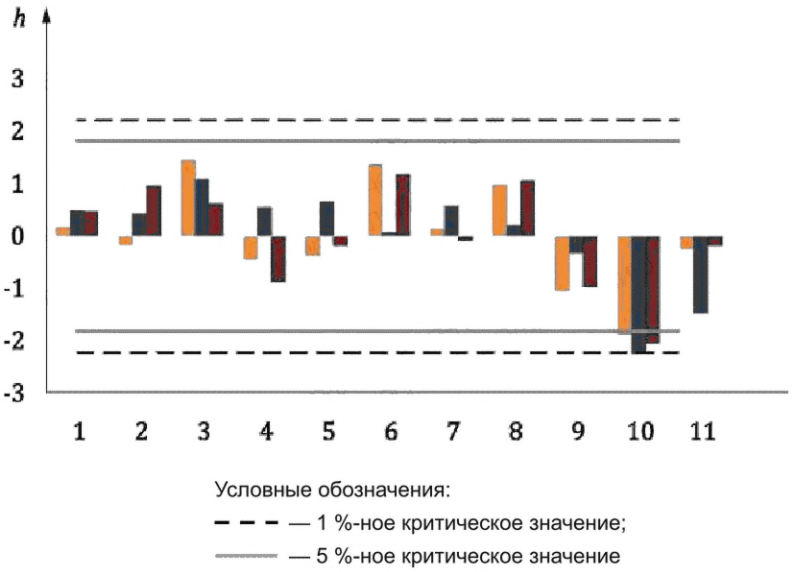



Рисунок E.21 — Содержание эритрозина.
Статистика межлабораторной согласованности Манделя *h*, сгруппированная по лабораториям (уровни B, C и D)

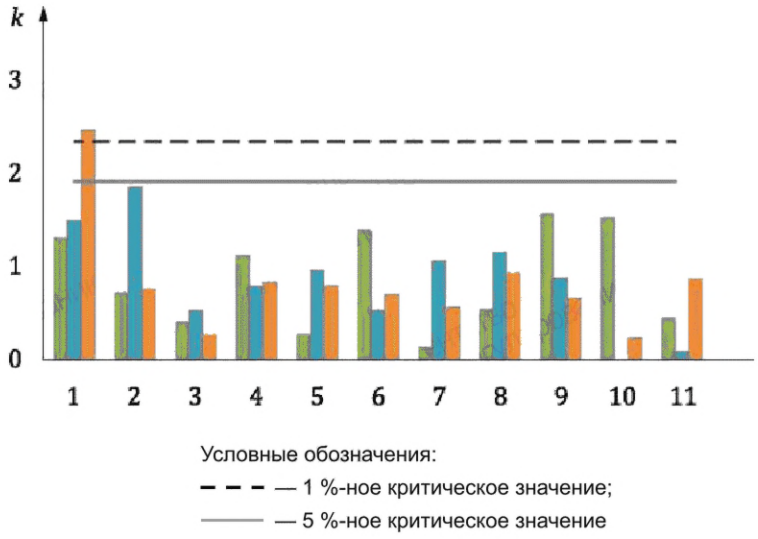



Рисунок E.22 — Содержание эритрозина.
Внутрилабораторная статистика согласованности Манделя *k*, сгруппированная по лабораториям (уровни B, C и D)

Графики *h* показывают, что лаборатория 10 получила намного более низкие результаты испытаний, чем все другие лаборатории на всех уровнях, и имела выброс на уровне C. В качестве дополнительной проверки лаборатория 10 получила более низкий результат испытаний, чем другие лаборатории на уровне C, и, следовательно, результат был отклонен.

Графики *k* показывают, что отставания не было, а в лаборатории 1 был выброс на уровне D. В качестве дополнительной проверки абсолютная разница между данными, измеренными лабораторией 1 на уровне D, была наибольшей, поэтому результат был отклонен.

Е.2.10.4.2 Тест Кокрана

Остальные данные используются для проведения следующего теста Кокрана, который дает значения статистического критерия С, приведенные в таблице Е.58.

Таблица Е.58 — Содержание эритрозина. Значение критерия Кокрана, критерий С

| Параметр | Уровень *j* | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Тест Кокрана *C* | 0,194 1 | 0,225 4 | 0,311 0 | 0,176 9 | 0,202 6 |
| Отставание (*n* = 2) | 0,680 | 0,570 | 0,602 | 0,602 | 0,680 |
| Выбросы (*n* = 2) | 0,794 | 0,684 | 0,718 | 0,718 | 0,794 |
| Количество лабораторий, *p* | 8 | 11 | 10 | 10 | 8 |

Применение теста Кокрана не подтверждает отсутствие отставания и выбросов.

Е.2.10.4.3 Тест Граббса

Применение теста Граббса к средним ячейкам дает значения статистического критерия G, показанные в таблице Е.59.

Таблица Е.59 — Содержание эритрозина. Применение теста Граббса к значениям ячеек

| Уровень *j* | Количество лабораторий *p* | Одиночный низкий | Одиночный высокий | Двойной низкий | Двойной высокий |
|---|---|---|---|---|---|
| A | 8 | 1,397 | 1,276 | 0,530 2 | 0,480 6 |
| B | 11 | 1,874 | 1,446 | 0,446 1 | 0,514 7 |
| C | 10 | 2,413 | 1,210 | 0,143 7 | 0,749 2 |
| D | 10 | 1,918 | 1,181 | 0,397 3 | 0,652 0 |
| E | 8 | 1,599 | 1,255 | 0,355 6 | 0,503 9 |
| Отставание (5 %) | | | | | |
| *p* = 8 | | 2,126 | 2,126 | 0,110 1 | 0,110 1 |
| *p* = 10 | | 2,290 | 2,290 | 0,186 4 | 0,186 4 |
| *p* = 11 | | 2,355 | 2,355 | 0,221 3 | 0,221 3 |
| Выбросы (1 %) | | | | | |
| *p* = 8 | | 2,274 | 2,274 | 0,056 3 | 0,056 3 |
| *p* = 10 | | 2,482 | 2,482 | 0,115 0 | 0,115 0 |
| *p* = 11 | | 2,564 | 2,564 | 0,144 8 | 0,144 8 |

Двойной критерий Граббса указывает на отставание для уровня С. При дальнейшем расследовании среднее значение ячейки для лаборатории 11 было намного ниже, чем для других лабораторий. Учитывая нестабильность эритрозина на низком уровне, было решено, что пары результатов испытаний следует отклонить.

Без этих результатов теста двойной минимум статистики теста Граббса составил 0,336 4 на уровне С, который затем сравнили с критическим значением для 9 лабораторий (0,149 2 на 5 %). Это больше не выглядело как отставание и было сохранено.

Е.2.10.5 Расчет общего среднего и стандартного отклонения

Расчет общего среднего (*m*) и стандартного отклонения ($s_r$ и $s_R$) содержания эритрозина в каждом образце дает значения, показанные в таблице Е.60.

Таблица Е.60 — Содержание эритрозина. Расчетные значения $m$, $s_r$, $s_R$

| Параметр | Уровень $j$, мг/кг | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E |
| Количество лабораторий $p$ | 8 | 11 | 9 | 10 | 8 |
| Общая средняя $m$ | 0,372 | 7,37 | 1,89 | 3,68 | 0,761 |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 0,013 1 | 0,157 2 | 0,088 7 | 0,148 9 | 0,015 6 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$ | 0,018 1 | 0,546 1 | 0,094 5 | 0,223 2 | 0,021 9 |

Е.2.10.6 Зависимость точности от общего среднего $m$

В таблице Е.60 показано, что $s_r$ и $s_R$ имеют сильную положительную корреляцию с $m$. Фактический расчет демонстрирует линейную корреляцию между $\log s_r$ (или $\log s_R$) и $\log m$ следующим образом:

- $\log s_r = 0{,}973\ 4 \log m - 1{,}501\ 4$, $R^2 = 0{,}905\ 3$;
- $\log s_R = 1{,}212\ 7 \log m - 1{,}350\ 4$, $R^2 = 0{,}972\ 3$.

Е.2.10.7 Окончательные значения точности

Точность метода измерения содержания эритрозина должна быть представлена следующим образом:

- $s_r = 0{,}032 + m^{0{,}97}$;
- $s_R = 0{,}045 + m^{1{,}21}$.

### Е.3 Заключение

Заключение сделано на основе эксперимента однородного уровня с участием 11 лабораторий. Данных о вылетах/несоответствующих результатах не поступало.

Окончательное значение прецизионности, полученное в результате статистической работы, может быть использовано для определения стандартного отклонения повторяемости и воспроизводимости метода испытаний.

Окончательное значение прецизионности подтверждает, что метод испытаний, описанный в настоящем стандарте, является надежным, поскольку была показана хорошая согласованность результатов испытаний, представлены всеми участвующими лабораториями.

## Приложение ДА
## (справочное)

## Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование межгосударственного стандарта |
|---|---|---|
| ISO 3696:1987 | — | * |
| ISO 4793:1980 | — | * |
| * Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. | | |

## Библиография

[1] ISO 17604 Микробиология пищевой цепи. Отбор проб туш для микробиологического анализа.

[2] GB 5009-35:2016, Национальный стандарт для определения безопасности пищевых продуктов синтетических красителей.

[3] Красители синтетические, водорастворимые. Полуколичественное определение с помощью хроматографии и спектрофотометрии Северный комитет по анализу пищевых продуктов (NMKL), № 134, 1990 г.

[4] CI (цветовой индекс). Химические конституции. 3-е издание, Общество красильщиков и колористов (SDC) и Американская ассоциация текстильных химиков и колористов (aAtCC), 1971 г.

[5] AOAC 46.1.08. Официальные методы анализа (AOAC International).

УДК 637.5 МКС 67.120 IDT

Ключевые слова: метод определения, пищевые красители, элюирование, концентрирование, стандартный раствор, реагент, тонкослойная хроматография, испытания

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 03.12.2025. Подписано в печать 13.01.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 6,98. Уч.-изд. л. 5,93.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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