«СОГЛАСОВАНО»
Первый заместитель директора БелГИМ

_____ В.П. ЛОБКО
«17» 10 2005 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Главный государственный

_____ М.И. РИМЖА
_____ 2005 г.

МЕТОДИКА

Определения синтетических красителей в алкогольных и безалкогольных напитках с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии

МВИ.МН 2399-2005

Минск 2005

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	3
2	Нормы погрешности измерений	3
3	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы	4
4	Метод измерения	5
5	Требования безопасности	6
6	Требования к квалификации оператора	6
7	Условия выполнения измерений	6
8	Подготовка к выполнению измерений	6
9	Выполнение измерений	10
10	Обработка результатов измерений	10
11	Оформление результатов испытаний	11
12	Контроль погрешности методики выполнения измерений	11
	Приложение А	15
	Приложение В	16
	Приложение С	17
	Приложение Д	18

1 Область применения

Методика предназначена для определения концентрации синтетических красителей индигокармина, понсо 4R, тартразина, желтый «Солнечный закат» в алкогольных и безалкогольных напитках с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Краткая характеристика красителей.

1. **Индигокармин или Е132** $C_{16}H_8N_2O_2(SO_3Na)_2$. Молекулярный вес – 466,37. Синие кристаллы с металлическим блеском. Растворимость воде: 1,5 г на 100 г воды при 25°С. Стабилен при pH 3- 7.

2. **Жёлтый «Солнечный закат» или Е110** $C_{16}H_{10}N_2O(SO_3Na)_2$. Молекулярный вес – 452,1. Оранжево-красный порошок или гранулят. Растворимость в воде: 12 г на 100 г воды при 25°С. Стабилен при pH 3- 8.

3. **Тартразин или Е102**_$C_{16}H_{13}N_4O_3Na(SO_3Na)_2$. Молекулярный вес – 538,11. Желтый порошок или гранулят. Растворимость в воде: 14 г на 100 г воды при 25°С. Стабилен при pH 3- 8.

4. **Понсо 4R или Е124** $C_{20}H_{11}N_2O(SO_3Na)_3$. Молекулярный вес – 604,18. Красный порошок или гранулят. Растворимость в воде: 14 г на 100 г воды при 25°С. Стабилен при pH 3- 8.

Метод определения основан на анализе красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием обращенно-фазовой колонки (C_{18}) и диодно-матричного детектора. В качестве подвижной фазы используется буферный раствор ион-парного реагента.

Интервал определяемых концентраций 10-200 мг/дм^3. Линейный диапазон градуировочных графиков 1,0 мкг/см^3 – 10,0 мкг/см^3.

Нижний предел измерения составляет 0,02 мкг каждого красителя в анализируемом объеме пробы (0,02 см^3).

2 Нормы погрешности измерений

При доверительной вероятности P=0,95 относительные суммарные погрешности измерения, границы неисключенных систематических погрешностей, доверительные границы случайной погрешности МВИ в диапазоне определяемых концентраций 10-200 мг/дм^3 приведены в таблице 1. Относительные значения пределов повторяемости и

воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 указаны в таблице 2.

Таблица 1 – Относительные значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 МВИ

Наименование красителя	Диапазон измерений	Показатель повторяемости (СКО повторяемости), δ_r %	Показатель воспроизводимости (СКО воспроизводимости), δ_R, %	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность), $\pm\Delta_c$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, %
Индигокармин	10-200 мг/дм^3	2,0	6,1	8,7	12,1
Желтый «Солнечный закат»	10-200 мг/дм^3	2,0	5,6	11,9	14,3
Тартразин	10-200 мг/дм^3	2,0	6,5	7,05	11,4
Понсо 4R	10-200 мг/дм^3	2,1	6,2	11,9	14,5

Таблица 2 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Наименование красителя	Диапазон измерений	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R, %
Индигокармин	10-200 мг/дм^3	5,4	17,0
Желтый «Солнечный закат»	10-200 мг/дм^3	5,5	15,6
Тартразин	10-200 мг/дм^3	5,5	18,0
Понсо 4R	10-200 мг/дм^3	5,8	17,3

3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

3.1 Средства измерений

Жидкостной хроматограф фирмы «Hewlett Packard» со спектрофотометрическим или диодно-матричным детектором		
Кран-дозатор с петлей на 0,02 см^3		Reodyne (погрешность 1,0%) согласно руководству по эксплуатации жидкостного хроматографа
Весы лабораторные общего назначения ВЛР 200, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г		ГОСТ 24104-2001
Колбы мерные	2-100-2 2-1000-2	ГОСТ 1770-74Е
Колба круглодонная	К-1-2000-29/32	ГОСТ 25336-82

Стакан химический	1-250	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные	1-2-2-1 1-2-2-10	ГОСТ 29227-91
Цилиндры мерные	2-50 2-100	ГОСТ 1770-74Е

3.2 Вспомогательные устройства

Колонка хроматографическая размером 125 мм х 4мм	Hypersil BDS (C_{18})
Плитка электрическая	ГОСТ 14919-83Е
Фильтр «синяя лента» Ø 12,5 мм	ГОСТ 12026-76

3.3 Реактивы

Вода дистиллированная, хч	ГОСТ 6709-72
Перманганат калия $KMnO_4$, хч	ГОСТ 20490-75
Ацетонитрил для ВЭЖХ	фирма «Sigma-Aldrich» кат № 27,100-4
Дигидрофосфат натрия NaH_2PO_4, хч	фирма «Sigma-Aldrich» кат. № 22,352-2
Гексадецил-3-метиламмония бромид $C_{19}H_{42}NBr_2$, хч	фирма «Sigma» кат.№ Н-5882

Набор красителей:

Индигокармин	фирма «Sigma» с содержанием основного вещества не менее 95,0 %, кат. № I18130
Желтый «Солнечный закат»	фирма «Sigma-Aldrich» с содержанием основного вещества не менее 90%, кат. № 46,522-4
Тартразин	фирма «Fluka» с содержанием основного вещества не менее 94,6%, кат. №86310
Понсо 4R	фирма «Sigma-Aldrich» с содержанием основного вещества не менее 75%, кат № 19,973-7

Могут быть использованы другие средства измерения и вспомогательные устройства по точности, не уступающие рекомендуемым, а также реактивы не ниже указанной чистоты.

4 Метод измерения

Для определения синтетических красителей в безалкогольных и алкогольных напитках используется метод ВЭЖХ, основанный на измерении оптической плотности разбавленных проб алкогольных и безалкогольных напитков с использованием диодно-матричного детектора при длинах волн 350 нм (определение индигокармина), 450 нм (определение тартразина), 500 нм (определение желтого «Солнечный закат» и понсо 4R) после градиентного элюирования пробы на хроматографической колонке Hypersil BDS (C_{18}) размером 125 мм х 4 мм.

5 Требования безопасности

Анализ по данной методике должен выполнятся согласно инструкции «Основные правила безопасности работы в химических лабораториях». – М.: Химия, 1979 г., инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа, а также «Общие правила пожарной безопасности Республики Беларусь для общественных зданий и сооружений. ППБ 1.04 – 2002»

6 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие настоящую методику и прошедшие подготовку для работы в качестве оператора жидкостного хроматографа.

7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха при приготовлении растворов, в том числе градуировочных (20±2)°С;
- температура воздуха при выполнении измерений (20±5)°С;
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°С;
- напряжение питающей сети (220±22) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц

8 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка измерительной аппаратуры, приготовление буферного и градуировочных растворов, построение градуировочного графика, отбор и подготовка проб к анализу.

8.1 Подготовка измерительной аппаратуры

Включают хроматограф согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для блока насосов и детектора. Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30-40 мин.

8.2 Приготовление растворов и реактивов

8.2.1 Получение бидистиллированной воды

Собирают установку для дистилляции воды, состоящую из круглодонной колбы (объем 2 $дм^3$), прямого холодильника и приемной колбы. В круглодонную колбу наливают 1,5 $дм^3$ дистиллированной воды, добавляют 10 г $KMnO_4$ и центры кипения. Нагревание воды проводят на электрической плитке с закрытой спиралью. Полученную бидистиллированную воду хранят не более 1 месяца.

8.2.2 Приготовление буферного раствора А

Взвешивают 1,3 ±0,001 г дигидрофосфата натрия и 1,0 ±0,001 г гексадецил-3-метиламмонийромида, растворяют в 200-300 $см^3$ бидистиллированной воды в мерной колбе на 1000 $см^3$, доводят объём бидистиллированной водой до метки перемешивают. Раствор хранят при комнатной температуре в плотно закрытой стеклянной таре. Годен в течение месяца.

8.3 Приготовление стандартных растворов смеси 4-х красителей

8.3.1 Приготовление основного стандартного раствора смеси 4-х красителей массовой концентрацией 100 мкг/ $см^3$.

Навеска красителя для приготовления основного стандартного раствора рассчитывается с учетом содержания основного действующего вещества согласно сертификату фирмы, таким образом, чтобы конечное содержание каждого красителя в смеси основного стандартного раствора составляла 100 мкг/$см^3$. Например:

Индигокармин – содержание основного действующего вещества 95 %, следовательно, масса навески 0,105 г ± 0,001г;

Желтый «Солнечный закат» - содержание основного действующего вещества 90 %, следовательно, масса навески 0,110 г ± 0,001г;

Тартразин - содержание основного действующего вещества 94,6 %, следовательно, масса навески 0,106 г ± 0,001г;

Понсо 4R - содержание основного действующего вещества 75,0 %, следовательно, масса навески 0,130 г ± 0,001г;

Навески красителей помещают в мерную колбу, вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 200-300 $см^3$ бидистиллированной воды, перемешивают и, после растворения, доводят объём бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Годен в течение 7 суток.

8.3.2 Приготовление рабочего стандартного раствора смеси 4-х красителей массовой концентрацией 10 мкг/$см^3$.

10 $см^3$ основного раствора переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят бидистиллированной водой до метки.

8.3.3 Приготовление градуировочных растворов смеси 4-х синтетических красителей

Градуировочные растворы смеси 4-х синтетических красителей готовят по схеме, представленной в таблице 3. Аликвотные части рабочего стандартного раствора 4-х синтетических красителей массовой концентрацией 10 мкг/$см^3$ переносят в мерные колбы объемом 100 $см^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой.

Каждый градуировочный раствор готовится и хроматографируется не менее трех раз с интервалом в 1 день.

Минимально детектируемое количество каждого красителя – 1,0 мкг/$см^3$ (*приложение С*)

Таблица 3 – Схема приготовления градуировочных растворов

№ градуировочного раствора	Концентрация каждого синтетического красителя в градуировочном растворе, мкг/см^3	Аликвотная часть рабочего стандартного раствора смеси 4-синтетических красителей, см^3
1	1,0	10
2	2,0	20
3	5,0	50
4	10,0	-

8.4 Установление градуировочной характеристики

Каждый градуировочный раствор хроматографируют по два раза, начиная с самой низкой концентрации, принимая за результат измерения среднее арифметическое двух параллельных измерений. Условия хроматографирования при анализе синтетических красителей:

Объем вводимой пробы 0,02 см^3

Состав подвижной фазы: **А** – буферный раствор; **В**- ацетонитрил

градиентное элюирование в соотношении от 15% до 85% ацетонитрила в течение 12 минут.

Скорость потока элюента **0,7 мл/мин**

Колонка хроматографическая Hypersil BDS (C_{18}), размером 4,0х125мм; зернение частиц 5 мкм

Длина волны поглощения 350 нм, 450 нм и 500 нм

Ширина полосы поглощения 20 нм

Условия градиентного элюирования представлены в таблице 4

Таблица 4- Условия градиентного элюирования

Время анализа, мин.	Состав подвижной фазы, %	
	А- буферный р-р.	**В-ацетонитрил**
0	85	15
1	85	15
12	30	70
15	10	90
22	85	15

Время выхода красителей устанавливают при проведении градуировочных работ. Для этого наилучшей концентрацией является 5,0 мкг/см^3. Хроматограмма, на которой виден порядок выхода красителей, приводится в приложении В. В таблице 5 указаны относительные времена выхода красителей.

Таблица 5 – Относительные времена выхода красителей

Наименование красителя	Длина волны поглощения, нм	Время выхода, мин
Индигокармин	350	13,58 ± 0,12
Желтый «Солнечный закат»	500	14,0 ± 0,15
Тартразин	450	15,09 ± 0,19
Понсо 4R	500	15,69 ± 0,16

8.5 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика измеряют площади пиков, соответствующие концентрациям красителей в градуировочных растворах. По полученным данным рассчитывают коэффициенты регрессии a и b прямой $Y = aX + b$ методом наименьших квадратов.

Градуировочный график строится с учетом вычисленных значений уравнения

$$Y = aX + b, \quad (1)$$

где

- Y- площадь пика синтетических красителей;
- X- концентрация синтетических красителей в градуировочном растворе;
- a и b- коэффициенты регрессии.

7.6 Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляется каждый раз перед началом измерений не менее чем по двум точкам в рабочем диапазоне измерений. Для контроля применяются градуировочные растворы красителей. Полученные при хроматографировании значения Y не должны отклоняться от градуировочной прямой более чем на: 5,34% для индигокармина; 2,96 % для желтого «Солнечный закат»; 1,86 %; для тартразина; 2,97 % для понсо 4R.

В противном случае необходимо построение нового градуировочного графика не менее чем по 5 точкам.

8.7 Подготовка анализируемых образцов

Средняя проба (500-1000 $см^3$) анализируемого образца термостатируется при температуре 20 ± 2°С в течение 30 мин и тщательно перемешивается. Образцы газированных напитков подвергают дегазации при температуре не более 25°С. При необходимости, (наличие в пробе осадка) образец отфильтровывают через бумажный фильтр. Все напитки перед анализом разбавляют, таким образом, чтобы в конечном объеме предполагаемая концентрация красителя находилась в диапазоне градуировочного графика. Для предварительной оценки содержания красителя исследуемый образец разбавляют в 10 раз.

Рекомендуемые разбавления:

– при содержании красителей 10-30 мг/дм^3 – 20 см^3 образца вносится в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводится водой до метки;

– при содержании красителей 30-50 мг/дм^3 - 10 см^3 образца вносится в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводится водой до метки;

– при содержании красителей 50-100 мг/дм^3 - 10 см^3 образца вносится в мерную колбу объемом 200 см^3 и доводится водой до метки;

– при содержании красителей 100 – 200 мг/дм^3 - 5 см^3 образца вносится в мерную колбу объемом 200 см^3 и доводится водой до метки;

Подготовленную пробу вводят в хроматограф в количестве 0,02 см^3.

9 Выполнение измерений

Анализ полученных по п. 8.7 образцов проводится на жидкостном хроматографе. Условия хроматографирования такие же, как и при построении градуировочного графика п. 8.4. Определяют площади пиков, используя компьютерную систему обработки сигналов. Проводят анализ двух параллельных проб. Каждую пробу хроматографируют не менее двух раз.

10 Обработка результатов измерений

Количество (X мг/дм^3) каждого красителя в исследуемой пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{V_2 \times C}{V_1}, \qquad (2)$$

где: V_1 – объем пробы, взятый для анализа, см^3;

V_2 – объем пробы после разбавления, см^3;

C - концентрация красителя, рассчитанная по градуировочному графику, мкг/см^3.

Коэффициент перевода мкг/см^3 в мг/дм^3 равен 1.

За результат анализа принимают среднее арифметическое из концентраций каждого красителя, найденное в двух параллельных пробах. Вычисление проводят до второго знака с последующим округлением до первого знака после запятой.

Допустимое расхождение между параллельными измерениями не должно превышать для красителя

Индигокармин - 1,94%

Желтый «солнечный закат» – 1,97%

Тартразин – 2,0%

Понсо 4R – 2,1%

Гарантированный результат анализа, (X), представляют в следующем виде:

$$X_t = X_{cp} \pm \Delta MBИ \qquad (3)$$

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (4)$$

где: *ΔМВИ* – показатель точности (пределы, в которых находится погрешность методики)

– X_1 – значение в первом параллельном опыте;

– X_2 – значение во втором параллельном опыте;

– $X_{ср}$ – среднее значение, найденное по результатам двух параллельных опытов.

11 Оформление результатов испытаний

Результаты измерений оформляются по форме, установленной в лаборатории системой регистрации данных.

Результаты должны включать следующую информацию:

– Наименование (шифр) пробы;

– Дату проведения измерений;

– Результаты измерений, включач все необходимые данные и промежуточные расчеты, а также значения контроля параметров градуировочного графика;

– Результаты параллельных определений;

– Окончательный результат измерений;

– Значение приписанной или рассчитанной погрешности измерения или ее составляющих;

– Фамилию оператора.

12 Контроль погрешности методики выполнения измерений

Контроль погрешности МВИ осуществляется с целью оперативной информации о качестве измерений рабочих проб и для принятия оперативных мер, предупреждающих ухудшение точности результатов (МИ 2335-2003 п.5.7, п.5.10).

В процессе внутреннего оперативного контроля определяются показатели повторяемости, воспроизводимости и точности.

12.1 Средства контроля погрешности методики выполнения измерений

В качестве средств контроля в процессе определения показателей качества результатов анализа применяются:

– рабочие пробы – для определения показателей повторяемости и воспроизводимости;

– рабочие пробы с добавкой – при определении показателей точности.

Результаты контроля воспроизводимости и точности фиксируются в соответствии с установленной системой регистрации контроля правильности выполнения измерений, результаты контроля повторяемости выполняются для каждого анализа и фиксируются в рабочих журналах исполнителей.

12.2 Порядок проведения контроля повторяемости (МИ 2335-2003 п.5.10).

Контроль повторяемости результатов измерений проводится при получении каждого результата измерения, предусматривающего проведение параллельных определений.

Контроль повторяемости результатов параллельных определений синтетических красителей проводят путем сравнения расхождения между результатами параллельных определений, выраженного в процентах по отношению к среднему значению, с пределом повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, приведенному в приложении 1.

r_K рассчитывается по формуле: $r_K = \frac{(C_{max} - C_{min}) \times 100}{C_{ср}} \leq r$ (5) где:

- r – предел повторяемости для двух результатов параллельных определений %;
- r_K - найденное расхождение между двумя результатами, %;
- C_{max} – максимальный результат определения;
- C_{min} – минимальный результат определения;
- $C_{ср}$ – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Если условие (5) не выполнено, процедуру контроля повторяют. При повторном повышении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3 Порядок проведения контроля воспроизводимости

Контроль воспроизводимости результатов измерений проводится не реже 2-3 раз в месяц с использованием рабочих проб. Контроль воспроизводимости обязателен при смене партии реактивов, посуды, после ремонта оборудования, существенных изменений условий выполнения измерений.

Контроль воспроизводимости проводится путем сравнения результата контрольной процедуры R_K , равного расхождению двух результатов измерений – первичного и повторного – содержания синтетических красителей в одной и той же рабочей пробе с пределом воспроизводимости *D*, приведенным в приложении 1.

Первичный и повторный результат измерений должен быть получен в разных условиях, например, двумя операторами в один день или одним оператором в два последующих дня и т.д.

R_K рассчитывается по формуле: $R_K = \frac{(C_1 - C_2) \times 100}{C_{ср}} \leq R$, (6) где:

- R - норматив воспроизводимости результатов измерения, %.

– R_K – найденное расхождение между двумя результатами измерения концентраций синтетических красителей, %;

– C_1 – результат первичного измерения концентрации синтетических красителей;

– C_2 – результат повторного измерения концентрации синтетических красителей;

– $C_{ср}$ – среднее значение результатов двух измерений концентраций синтетических красителей.

Величины C_1 и C_2 должны быть получены с соблюдением условий повторяемости.

Если $R_K \leq R$, то воспроизводимость контрольных измерений признается удовлетворительной. В этом случае воспроизводимость результатов измерений рабочих проб, полученных в условиях, соответствующих условиям МВИ, признается удовлетворительной.

В случае превышения норматива воспроизводимости, когда $R_K > R$, контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля воспроизводимости.

12.4 Порядок проведения контроля точности

Контроль точности результатов измерений осуществляется с использованием метода добавок (МИ 2335-2003 п.5.7). Образцами для контроля точности являются рабочие пробы и эти же пробы с добавкой синтетических красителей.

К пробе с добавкой предъявляются следующие требования:

– добавка должна вводится в пробу на самой ранней стадии измерений (стадия взятия пробы) в целях проведения пробы с добавкой через все последующие стадии пробоподготовки и анализа.

– количество вводимой добавки должно составлять 50-150% от установленного содержания синтетических красителей в пробе;

– проба с введенной добавкой не должна выходить за верхнюю границу определяемых концентраций синтетических красителей согласно МВИ.

В качестве добавки используются водные растворы синтетических красителей необходимой концентрации. Расчет необходимой концентрации синтетических красителей производится исходя из того, что в первоначальную пробу должно вноситься около 1,0 $см^3$ раствора для получения пробы с добавкой в диапазоне 50-150% ранее установленного содержания синтетических красителей в пробе.

Контроль точности проводится по результатам измерений пробы до введения добавки ($X_{пр}$) и после введения добавки синтетических красителей ($X_{пр.доб.}$) концентрацией $C_{доб}$ в исходную

пробу. Разница ($К_К$) между найденной ($Х_{доб}=Х_{пр.доб}-Х_{пр}$) и введенной $С_{доб}$ концентрацией добавки не должна превышать по абсолютной величине значения норматива точности К.

Значения $К_К$ и К рассчитываются по формулам:

$$К_К=|Х_{пр.доб}-Х_{пр}-С_{доб}|, \quad (7)$$

где:

$К_К$ – рассчитанный параметр точности;

$Х_{пр.доб}$ – содержание синтетического красителя в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$Х_{пр}$ – содержание синтетического красителя в исходной пробе, мг/дм^3;

$С_{доб}$- величина введенной добавки, мг/дм^3 .

К=1,41Δ - для доверительной вероятности Р=0,95;

К=1,19Δ - для доверительной вероятности Р=0,90, где

Δ - погрешность МВИ.

Точность контрольных измерений, а также точность результатов измерений рабочих проб, выполненных в условиях соблюдения требований МВИ, признается удовлетворительной, если $|К_К| \leq К$.

Если $|К_К| > К$, то точность контрольных измерений признается неудовлетворительной и процедура повторяется с использованием другой рабочей пробы. При повторном получении неудовлетворительных результатов контроля точности, выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительному контролю.

Разработчики:

Зав. лабораторией ХПП, к.х.н.	О.В. Шуляковская
ст.н.с.	Л.Л. Белышева
н.с.	Л.Г. Резникова

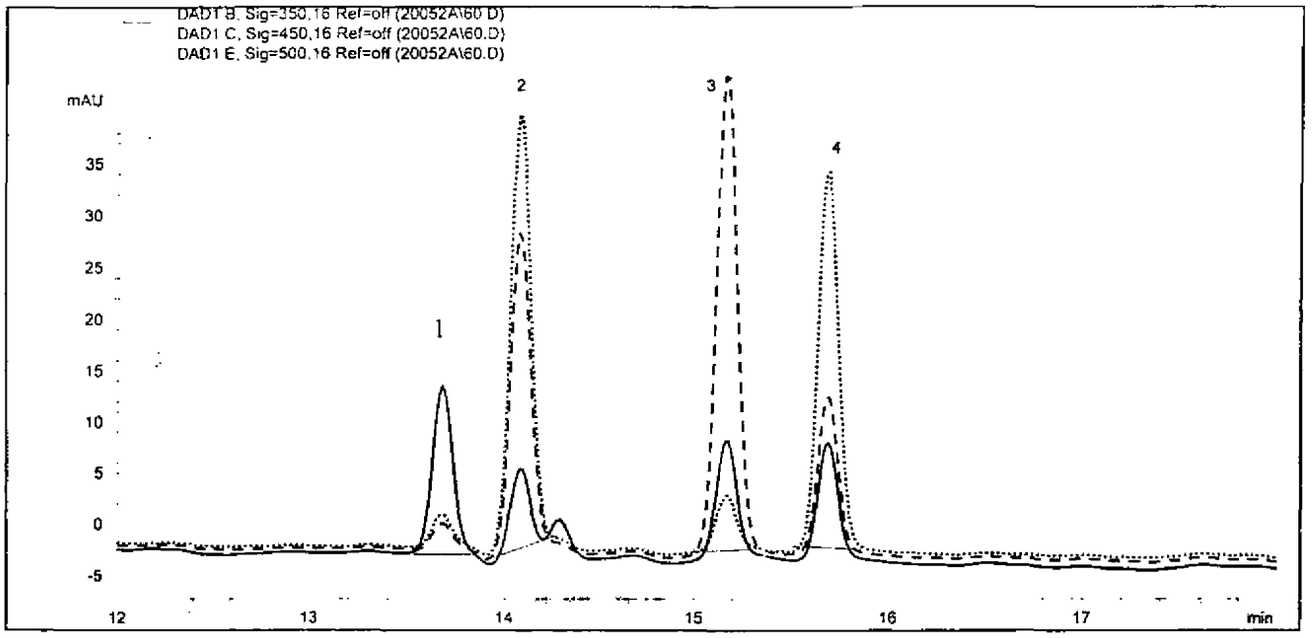
Приложение А
(информационное)

Значения точностных параметров методики

Параметры точности,	Индигокармин Е132	«Солнечный закат» Е110	Тартразин Е102	Понсо 4R Е124
Число параллельных определений, n	2	2	2	2
Допустимые расхождения между результатами в разных лабораториях, %	24,2	28,6	22,8	29,0
Границы суммы неисключенной систематической погрешности, Δ_c,%	8,7	11,9	7,05	11,9
Погрешность градуировочного графика, %	5,34	2,96	1,86	2,97
Относительная погрешность МВИ Δ %	12,1	14,3	11,4	14,5
Предел повторяемости $r_{n,m}$ %	5,4	5,5	5,5	5,8
Предел воспроизводимости $R_{n,m}$ %	17,0	15,6	18,0	17,3
Норматив точности K	17,1	20,2	16,1	20,5

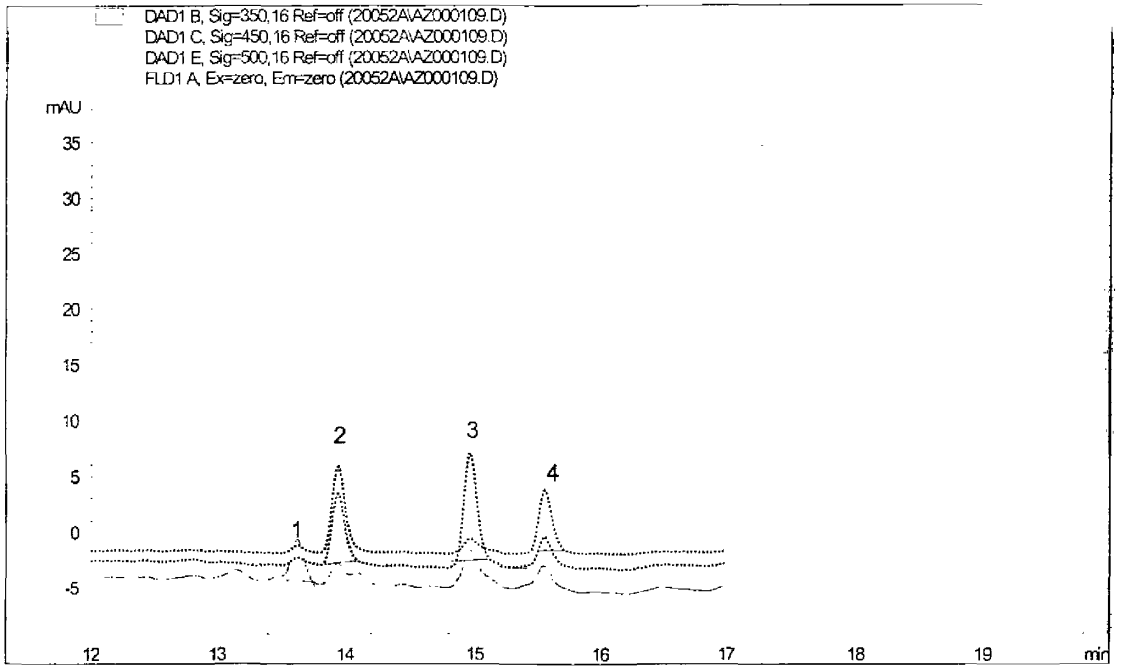
Приложение В

Хроматограмма стандартной смеси 4-х красителей 5 мкг/мл



1- индигокармин – 350 нм (13,58 ± 0,12 мин)
2- желтый «Солнечный закат» - 500 нм (14,0 ± 0,15 мин)
3- тартразин – 450 нм (15,09 ±0,19 мин)
4- понсо 4R – 500 нм (15,69±0,16 мин)

Хроматограмма стандартной смеси 4-х красителей 1мкг/мл
(минимально детектируемое количество)



1 - индигокармин – 350 нм (13,58 ± 0,12 мин)
2 - желтый «Солнечный закат» - 500 нм (14,0 ± 0,15 мин)
3 - тартразин – 450 нм (15,09 ±0,19 мин)
4 - понсо 4R – 500 нм (15,69±0,16 мин)

Приложение Д
(информационное)

Перечень используемой документации

В настоящей методике использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4212-76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 20490-75 Калий марганцевокислый. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 8.207-76 Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.

gost.e-ecolog.ru