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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33406— 2015

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ, БЕЗАЛКОГОЛЬНАЯ И СОКОВАЯ, ДОБАВКИ ВКУСОАРОМАТИЧЕСКИЕ

Определение содержания синтетических красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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 унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 сентября 2016 г. № 1022-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33406—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ.МН 2331—2005 «Определение содержания синтетических красителей в винах и виноматериалах», аттестованной БелГИМ (свидетельство об аттестации № 451-1/2007 от 27.07.2007) и МВИ.МН 2506—2013 «Определение содержания синтетических красителей в винах, виноматериалах, алкогольных и безалкогольных напитках, соках, продуктах переработки плодов и овощей, вкусоароматических добавках», аттестованной БелГИМ (свидетельство об аттестации № 778/2013 от 07.02.2013)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

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»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ АЛКОГОЛЬНАЯ, БЕЗАЛКОГОЛЬНАЯ И СОКОВАЯ, ДОБАВКИ ВКУСОАРОМАТИЧЕСКИЕ

Определение содержания синтетических красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Alcoholic, nonalcoholic and juices production, flavour additives. Determination of synthetic colouring matters by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на алкогольную, безалкогольную продукцию, соки, продукты переработки фруктов, ягод и овощей, вкусоароматические добавки и устанавливает метод определения содержания синтетических красителей методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее — ВЭЖХ) с использованием для регистрации диодно-матричного детектора.

Перечень синтетических красителей, определяемых в соответствии с настоящим стандартом, приведен в таблице 1.

Таблица 1

Название синтетического красителя	Индекс	Color Index
Солнечный закат — Sunset Yellow FCF	E110	15985
Тартразин — Tartrazin	E102	19140
Амарант — Amaranth	E123	16185
Понсо 4R — New Coccine	E124	16255
Азорубин — Chromotrope FB	E122	14720
Красный очаровательный — Allura Red AC	E129	16035

Определению не мешает синтетический краситель Е127 Эритрозин — Erytrozine (color index 45430).

Предел обнаружения данного метода для синтетических красителей составляет 0,5 мг/дм^3 (кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 245 Реактивы. Натрий фосфорнокислый однозамещенный 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **предел измерений *LOQ*:** Наименьшее значение массовой концентрации определяемого соединения, которое может быть измерено с установленной точностью в соответствии с настоящим стандартом.

3.2 **диапазон измерений:** Область значений массовой концентрации соединения в пробе, определяемая по настоящему стандарту.

4 Сущность метода

Смесь синтетических красителей Е110 Солнечный закат, Е102 Тартразин, Е123 Амарант, Е122 Азорубин, Е124 Понсо 4R, Е129 Красный очаровательный разделяют на хроматографической колонке с использованием градиентной системы элюирования с применением метода ион-парной обращенно-фазовой хроматографии. Идентификацию и количественное определение осуществляют с помощью диодно-матричного детектора по величине сигнала абсорбции, интегрированного по времени. Дополнительную идентификацию красителей приводят спектральным методом.

5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

5.1 Требования безопасности

При выполнении работ персонал должен знать и строго соблюдать на рабочем месте требования:

- электробезопасности — по ГОСТ 12.2.003;
- пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории;
- техники безопасности, изложенные в эксплуатационных документах на средства измерений и оборудование, применяемые при проведении измерений.

5.2 Требования к квалификации операторов

К проведению измерений и обработке результатов хроматографического анализа могут быть допущены лица, имеющие специальное образование, опыт работы в области жидкостной хроматографии, изучившие руководство по эксплуатации жидкостного хроматографа, инструкцию по использованию системы обработки хроматографических данных и методов спектрального анализа.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

6 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- температура приготовления растворов ..... (20 ± 2) °С;
- относительная влажность воздуха ..... (65 ± 15) %;
- частота переменного тока ..... (50 ± 5) Гц;
- напряжение в сети ..... (220 ± 10) Вт.

Помещения для проведения измерений должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией и подводкой воды.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Высокоэффективный жидкостной хроматограф, включающий:

- насос бинарный с вакуумным дегазатором;
- термостат колонок;
- детектор диодно-матричный (диапазон длин волн 190—950 нм);
- колонку аналитическую обращенно-фазную хроматографическую С18, длинной 125 мм, внутренний диаметр 4 мм, диаметр зерна 5 мкм*;
- автосемплер;
- систему управления и обработки данных.

Весы лабораторные электронные, диапазон взвешивания 0,0100—220,0000 г, погрешность взвешивания 0,0003 г.

Иономер универсальный в комплекте с электродами, диапазон измерений от 1 до 19 ед. pH, погрешность 0,05 ед. pH.

Пипетки градуированные вместимостью 1,0; 5,0; 10,0; 25,0 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Устройство для фильтрации элюирующих растворов.

Баня ультразвуковая.

Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы d = 47 мм, $d_{пор}$ = 0,45 мкм.

Фильтры мембранные из регенерированной целлюлозы d = 25 мм, $d_{пор}$ = 0,25 мкм.

Шприц медицинский вместимостью 5 $см^3$.

Виалы для автосамплера вместимостью 2 $см^3$.

Е110 Солнечный закат, содержание основного вещества не менее 93,4 %.

Е102 Тартразин, содержание основного вещества не менее 88 %.

Е123 Амарант, содержание основного вещества не менее 93 %.

Е124 Понсо 4R, содержание основного вещества не менее 93 %.

Е122 Азорубин, содержание основного вещества не менее 90 %.

Е129 Красный очаровательный, содержание основного вещества не менее 80 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетонитрил для ВЭЖХ.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный двухводный по ГОСТ 245.

Гидроксид тетрабутиламмония (ТБАГ) 12,5 %-ный раствор.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных.

---

* Примером подходящего продукта является хроматографическая колонка Hypersil BDS-C18, 4,0 × 125 мм, 5 μ м). Данная информация приведена для удобства и не означает признания названного продукта пользователями настоящего стандарта.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Отбор проб

Отбор проб продукции для определения синтетических красителей проводят в соответствии с действующими нормативными документами на отбор проб соответствующего вида продукции для определения показателей безопасности.

Отбор проб должен обеспечивать однородность и репрезентативность представленной пробы.

Проба, доставленная в лабораторию на измерение, не должна быть повреждена или изменена во время транспортирования и хранения.

8.2 Приготовление элюирующих растворов

8.2.1 Элюирующий раствор *А*

В качестве элюирующего раствора *А* используют ацетонитрил для ВЭЖХ.

8.2.2 Элюирующий раствор *В* (0,01 М раствор натрия фосфорнокислого однозамещенного (NaH_2PO_4) + 0,001 М раствор тетрабутиламмония гидроксида (ТБАГ), 4,3—4,4 ед. pH)

Навеску массой 1,56 г натрия фосфорнокислого однозамещенного двухводного и 2,6 $см^3$ 12,5 %-ного раствора тетрабутиламмония гидроксида растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки дистиллированной водой, pH приготовленного элюирующего раствора *В* должен находиться в диапазоне 4,3—4 ед. pH.

Перед применением все растворы фильтруют через фильтр из регенерированной целлюлозы с диаметром 47 мм, диаметром пор 0,45 мкм.

8.3 Приготовление градуировочных растворов

8.3.1 Приготовление многокомпонентного основного раствора «*А*» с массовой концентрацией синтетических красителей приблизительно 500 мг/$дм^3$ для каждого красителя

Навеску каждого красителя массой приблизительно 0,1250 г, взятую с точностью до 0,0001 г, взвешивают непосредственно в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой при t = (20 ± 2) °С. Точную массовую концентрацию i-го красителя в растворе *А* C_{A_i}, мг/$дм^3$, вычисляют с учетом содержания основного вещества по формуле

$$C_{A_i} = \frac{m_i \cdot P_i}{V_A} \cdot 1000, \quad (1)$$

где m_i — масса навески i-го красителя, мг;

P_i — содержание основного вещества i-го красителя;

V_A — вместимость мерной колбы, $см^3$.

Основной градуировочный раствор остается стабильным при хранении в холодильнике в течение 6 мес.

8.3.2 Приготовление многокомпонентного промежуточного раствора «*В*» синтетических красителей с массовой концентрацией синтетических красителей приблизительно 50 мг/$дм^3$

Раствор «*А*», приготовленный по 8.3.1, объемом 25 $см^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой при t = (20 ± 2) °С.

Массовую концентрацию промежуточного градуировочного раствора C_{B_i}, мг/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$C_{B_i} = \frac{C_{A_i}}{10}, \quad (2)$$

где C_{A_i} — массовая концентрация i-го красителя в растворе *А*, мг/$дм^3$.

Для проведения градуировки используют свежеприготовленный раствор.

8.3.3 Приготовление многокомпонентных градуировочных растворов синтетических красителей

Готовят четыре градуировочных раствора путем разбавления раствора «*В*», согласно таблице 2.

Таблица 2

Номер раствора	Объем раствора «*B*» по 8.3.2, см^3	Массовая концентрация* градуировочного раствора, мг/см^3	Объем градуировочных растворов, см^3
1	1	1	50
2	5	5	50
3	10	10	50
4	25	25	50
* Точное значение массовой концентрации градуировочных растворов вычисляют с учетом точных значений массовых концентраций раствора «*B*».			

Градуировочным раствором № 5 является промежуточный градуировочный раствор «*B*», приготовленный по 8.3.2. Для проведения градуировки используют свежеприготовленные растворы.

8.4 Подготовка хроматографа к работе

Жидкостной хроматограф настраивают в соответствии с инструкциями фирмы — производителя оборудования.

8.4.1 Условия хроматографического анализа

Используют колонку и хроматографические условия разделения, обеспечивающие удовлетворительное разделение многокомпонентной смеси красителей, — см. рисунок А.1 (приложение А).

Элюенты:

- *A* = ацетонитрил по 8.2.1;
- *B* = 0,01М NaH_2PO_4 + 0,001М Тетрабутиламмония гидроксида, 4,4 ед. pH, приготовленный по 8.2.2.

Градиент:

- 15 % *B*;
- 10 мин 40 % *B*;
- 14 мин 90 % *B*;
- 19 мин 90 % *B*;
- 20 мин 15 % *B*.

Скорость потока: 1,0 см^3/мин.

Температура: 40 °С.

«*Post time*»: 4 мин.

Детектирование: *UV-DAD*.

450 нм/20 нм

520 нм/20 нм

Для детектирования красителей применяют диодно-матричный детектор, устанавливают длины волн поглощения, обеспечивающие максимальную чувствительность и селективность. Значения длин волн, используемые в данном методе, представлены в таблице 3.

Таблица 3

Название	Длина волны детектирования/ширина полосы, нм
Солнечный закат Е 110	520/20
Тартразин Е 102	450/20
Амарант Е 123	520/20
Понсо 4R Е 124	520/20
Азорубин Е 122	520/20
Эритрозин Е127	520/20
Красный очаровательный Е129	520/20

8.4.2 Выполнение начальной градуировки

Для определения рабочего диапазона массовых концентраций и линейности функции градуировки выполняют начальную градуировку хроматографа. Ее выполняют как минимум по пяти рабочим градуировочным растворам красителей, приготовленным по 8.3.2. Каждый раствор хроматографируют не менее двух раз. Градуировочная зависимость должна иметь вид $y = bx$. Параметры градуировочной зависимости вычисляют путем анализа линейной регрессии скорректированных площадей пиков. Правильность построения градуировочного графика контролируется значением достоверности аппроксимации: $R^2 \geq 0{,}999$.

8.5 Подготовка проб

Пробы алкогольной и безалкогольной продукции, соков разбавляют в два—пять раз дистиллированной водой и фильтруют через мембранный фильтр d = 25 мм, $d_{пор}$ = 0,25 мкм. Навеску продуктов переработки фруктов, ягод и овощей, вкусоароматических добавок разбавляют в 5—10 раз дистиллированной водой. Полученный раствор помещают в ультазвуковую баню на 10—15 мин. При необходимости проводят предварительную очистку проб центрифугированием. Подготовленную пробу фильтруют через систему шприц-фильтр (используя мембранный фильтр d = 25 мм, $d_{пор}$ = 0,25 мкм) в виалу для автосамплера. Подготовленная проба должна быть прозрачной.

При подготовке порошкообразных и концентрированных жидких вкусоароматических добавок разбавление пробы подбирают таким образом, чтобы массовая концентрация определяемых компонентов попадала в середину градуировочного диапазона.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Оперативный контроль стабильности градуировки

Текущий контроль стабильности градуировочного графика проводят ежедневно перед началом работы. Для этого анализируют один рабочий градуировочный раствор, массовая концентрация которого должна лежать в пределах 60 %—80 % рабочего диапазона градуировки. Градуировку считают достоверной, если измеренная массовая концентрация каждого красителя отличается не более чем на 3 % от фактической массовой концентрации градуировочного раствора. Если это требование не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора.

После завершения измерения серии проб проводят второе измерение выбранного градуировочного раствора, сравнивая результат измерений с нормативом стабильности градуировки так, как это описано выше. В случае невыполнения данного условия проводят повторное измерение выбранного градуировочного раствора. Если при этом полученные значения снова не удовлетворяют вышеприведенным требованиям, выявляют и устраняют причины несоответствия, а затем вновь проводят измерения серии проб.

При проведении измерений с ручным вводом проб серия состоит из 6—10 проб. При проведении измерений с вводом пробы автосамплером серия состоит из 10—15 проб.

9.2 Контроль чистоты системы

Для контроля степени чистоты реактивов и правильности работы оборудования, а также для предотвращения появления ложно положительных пиков проводят измерение дистиллированной воды «холостая проба», прошедшей процедуру пробоподготовки.

Если в «холостой пробе» обнаруживают любое из анализируемых веществ, выявляют причину и устраняют любые источники загрязнения.

Контроль чистоты системы проверяют в начале работы и после измерения пробы, в которой обнаружено наличие красителя.

9.3 Выполнение измерений пробы

Проводят измерение двух параллельных проб продукции, подготовленных по 8.5.

Пробу хроматографируют не менее двух раз. Пики красителей в пробе должны быть правильно проинтегрированы, при необходимости результаты интегрирования площади пика корректируют. Если вычисленная массовая концентрация красителя в анализируемой пробе превышает градуировочный диапазон, пробу разбавляют и повторяют измерение.

9.4 Идентификация индивидуальных соединений

При отсутствии пика определяемого красителя на характеристическом времени удерживания и нормальной хроматограмме делают вывод, что данный краситель в пробе отсутствует.

Если время удерживания красителя на хроматограмме анализируемой пробы совпадает со временем удерживания красителя градуировочного раствора, то предполагают, что данный краситель в пробе присутствует.

Для дополнительной идентификации красителя результат подтверждают сравнением спектров поглощения вещества в анализируемой пробе со спектрами красителя градуировочного раствора.

Одновременно оценивают возможность присутствия загрязняющих примесей в идентифицируемом красителе по чистоте пика с помощью статистического анализа, выполняемого программным обеспечением путем автоматического сопоставления спектрограмм.

Значения показателя качества совпадения спектров «*Match factor*» в диапазоне 900—990 свидетельствуют о некотором спектральном сродстве идентифицируемых веществ. Все значения ниже 900 означают, что рассматриваются две спектрограммы различных веществ.

Заключение о присутствии искомого соединения в пробе можно сделать только в случае, если величина показателя качества совпадения спектров («*Match factor*») по результатам анализа спектрограмм находится в интервале 990—1000.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Вычисление массовой концентрации определяемого соединения в пробе

Массовую концентрацию синтетического красителя C_i, мг/дм^3 (кг), вычисляют по формуле

$$C_i = C_{xi} \cdot K, \quad (3)$$

где C_{xi} — массовая концентрация красителя, полученная по градуировочному графику, мг/дм^3 (кг);

K — коэффициент разбавления пробы, вычисляемый по формуле

$$K = \frac{V_p}{V_a}, \quad (4)$$

где V_p — объем исходного раствора пробы*, см^3;

V_a — объем разбавленного раствора пробы*, см^3.

10.2 Односторонняя оценка массовой концентрации определяемого соединения в пробе

Если величина C_i оказывается меньше предела измерения метода C_{LOQ}, то вычисления по 10.1 не проводят, а дают одностороннюю оценку массовой концентрации красителя в пробе C_i, мг/дм^3 (кг), в виде

$$C_i < C_{LOQ},$$

где C_{LOQ} — предел измерения метода.

Предел измерения метода составляет 0,5 мг/дм^3.

10.3 Окончательный расчет результата измерений

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений при выполнении условий повторяемости. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

Окончательный результат определения массовой концентрации синтетических красителей при доверительной вероятности $P = 0,95$ представляют в следующем виде

$$(\overline{C} \pm \Delta), \text{ мг/дм}^3, \quad (5)$$

где $\overline{C}$ — результат измерений, мг/дм^3, полученный в соответствии с настоящим методом и вычисленный согласно разделу 10;

$\pm\Delta$ — абсолютное значение показателя точности метода, мг/дм^3.

---

* Для порошкообразных и концентрированных жидких проб используют массу пробы.

Абсолютное значение показателя точности Δ, мг/дм^3, вычисляют, используя относительное значение показателя точности метода δ, %, указанное в таблице 4, по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \quad (6)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

δ — относительное значение показателя точности метода;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение двух результатов единичных измерений, мг/дм^3.

11 Показатели точности метода

Метод обеспечивает получение достоверных результатов измерений массовой концентрации каждого красителя в алкогольной, безалкогольной продукции, продуктах переработки фруктов, ягод и овощей, вкусоароматических добавках при работе в диапазоне градуировки от 1 до 50 мг/дм^3.

Метрологические характеристики метода представлены в таблице 4.

Таблица 4 — Основные метрологические характеристики метода определения массовой концентрации синтетических красителей

Наименование синтетического красителя	Наименование показателя (P = 0,95, n = 2)		
	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности метода) δ, %
Солнечный закат Е110	10	19	14
Тартразин Е102	10	19	14
Амарант Е123	10	18	13
Понсо 4R Е124	11	20	14
Красный очаровательный Е129	11	21	15
Азорубин Е122	10	21	15

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Оперативный контроль повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6.

Вычисляют абсолютное расхождение между результатами единичных измерений $|C_1 - C_2|$, значение которого сравнивают с пределом повторяемости, приведенным в таблице 4.

Повторяемость результатов признают удовлетворительной при выполнении условия

$$|C_1 - C_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot C_{ср}. \quad (7)$$

При превышении предела повторяемости измерение повторяют. При повторном превышении указанного предела выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, их устраняют и измерение повторяют.

12.2 Оперативный контроль воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6.

Каждая из двух лабораторий проводит измерения в соответствии с разделом 9 и получает результат измерений, обеспечивая контроль повторяемости по 11.1.

Рассчитывают среднее арифметическое значение $\overline{\overline{C}}$, мг/дм^3, результатов измерений двух лабораторий $\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ соответственно

$$\overline{\overline{C}} = \frac{C_1 + C_2}{2}. \quad (8)$$

Вычисляют абсолютное расхождение между результатами измерений $|\overline{C}_1 - \overline{C}_2|$, полученными в двух лабораториях, значение которого сравнивают с пределом воспроизводимости, приведенным в таблице 4.

Результат признают удовлетворительным при выполнении условия

$$\left|\overline{C}_1 - \overline{C}_2\right| \le 0{,}01 \cdot R_{\text{отн}} \cdot \overline{\overline{C}}. \quad (9)$$

При превышении указанного предела воспроизводмости контрольное измерение повторяют. При повторном превышении указанного предела выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, их устраняют и измерение повторяют.

12.3 Контроль правильности

12.3.1 Контроль правильности с применением лабораторной контрольной пробы

Контроль правильности измерения красителей проводят путем анализа проб с заранее известным значением массовой концентрации (лабораторной контрольной пробы) и пробы с добавкой.

В качестве лабораторной контрольной пробы может использоваться:

- аттестованная смесь;
- специально приготовленная проба, значение массовой доли красителя в которой получено при проведении межлабораторных сличительных испытаний.

Массовая доля красителя в контрольной пробе должна находиться в интервале 10—40 мг/дм^3.

Лабораторная контрольная проба может храниться в условиях, минимизирующих изменение массовой доли красителя с течением времени, в холодильнике, не более одного года.

12.3.2 Контроль правильности с использованием добавки

Контроль правильности с использованием рабочих проб предполагает их разбавление, введение добавок, а также разбавление рабочей пробы с добавкой.

К подготовленным пробам предъявляют следующие требования:

- введение добавки или разбавление пробы осуществляют на начальной стадии пробоподготовки;
- количество вводимой добавки должно составлять 50 %—150 % от ранее установленного содержания определяемого красителя в пробе;
- разбавление не должно быть более 30 % от ранее установленного содержания определяемого красителя в пробе;
- проба с добавкой или разбавленная проба по содержанию определяемого красителя не должна выходить за границы диапазона измерений.

В качестве добавок используют градуировочные или специально приготовленные растворы с известной массовой концентрацией определяемого красителя.

Как при введении добавки, так и при разбавлении пробы не должно происходить существенного изменения матрицы исходной пробы.

Проводят измерение определяемого красителя в исходной пробе, пробе для контроля (в пробе с добавкой, разбавленной пробе, разбавленной пробе с добавкой) и вычисляют величину показателя правильности измерений:

- для пробы с добавкой по формуле

$$K_1 = \frac{|C_{\text{х}} - C_{\text{исх}} - C_{\text{доб}}|}{C_{\text{доб}}} \cdot 100\ \%; \quad (10)$$

- для разбавленной пробы по формуле

$$K_2 = \frac{|C_{\text{х}} - C_{\text{исх}} - C_{\text{разб}}|}{C_{\text{разб}}} \cdot 100\ \%; \quad (11)$$

- для разбавленной пробы с добавкой по формуле

$$K_3 = \frac{\left|C_{\text{х}} - C_{\text{исх}} - C_{\text{доб}} - \frac{1}{n} C_{\text{доб}}\right|}{\frac{1}{n} C_{\text{доб}}} \cdot 100\ \%; \quad (12)$$

где K_1, K_2, K_3 — показатели правильности;

$C_х$ — измеренное содержание определяемого красителя в пробе для контроля, мг/дм^3;

$C_{исх}$ — содержание определяемого красителя в исходной рабочей пробе, мг/дм^3;

$C_{доб}$ — величина добавки определяемого красителя, мг/дм^3;

$C_{разб}$ — содержание определяемого красителя в разбавленной пробе, мг/дм^3;

$\frac{1}{n} C_{доб}$ — величина добавки в разбавленной пробе с добавкой, мг/дм^3;

n — коэффициент разбавления.

Нормативы правильности K_1, K_2, K_3 вычисляют по формулам (13)—(15):

$$K_1 = \sqrt{2\Delta_m^2 + \Delta_{доб}^2}, \quad (13)$$

$$K_2 = \sqrt{2\Delta_m^2 + \Delta_{разб}^2}, \quad (14)$$

$$K_3 = \sqrt{2\Delta_m^2 + \Delta_{доб}^2 + \Delta_{разб}^2}, \quad (15)$$

где K_1, K_2, K_3 — вычисленный норматив правильности.

Если $K_{1,2,3} \le K$, где K — установленный норматив показателя правильности, то норматив правильности результатов признают удовлетворительной.

Если $K_{1,2,3} > K$, то выполняют повторный контроль показателя правильности с использованием той же или однотипной рабочей пробы и соответствующие вычисления.

При повторном превышении норматива правильности анализируют причины ошибок и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(справочное)

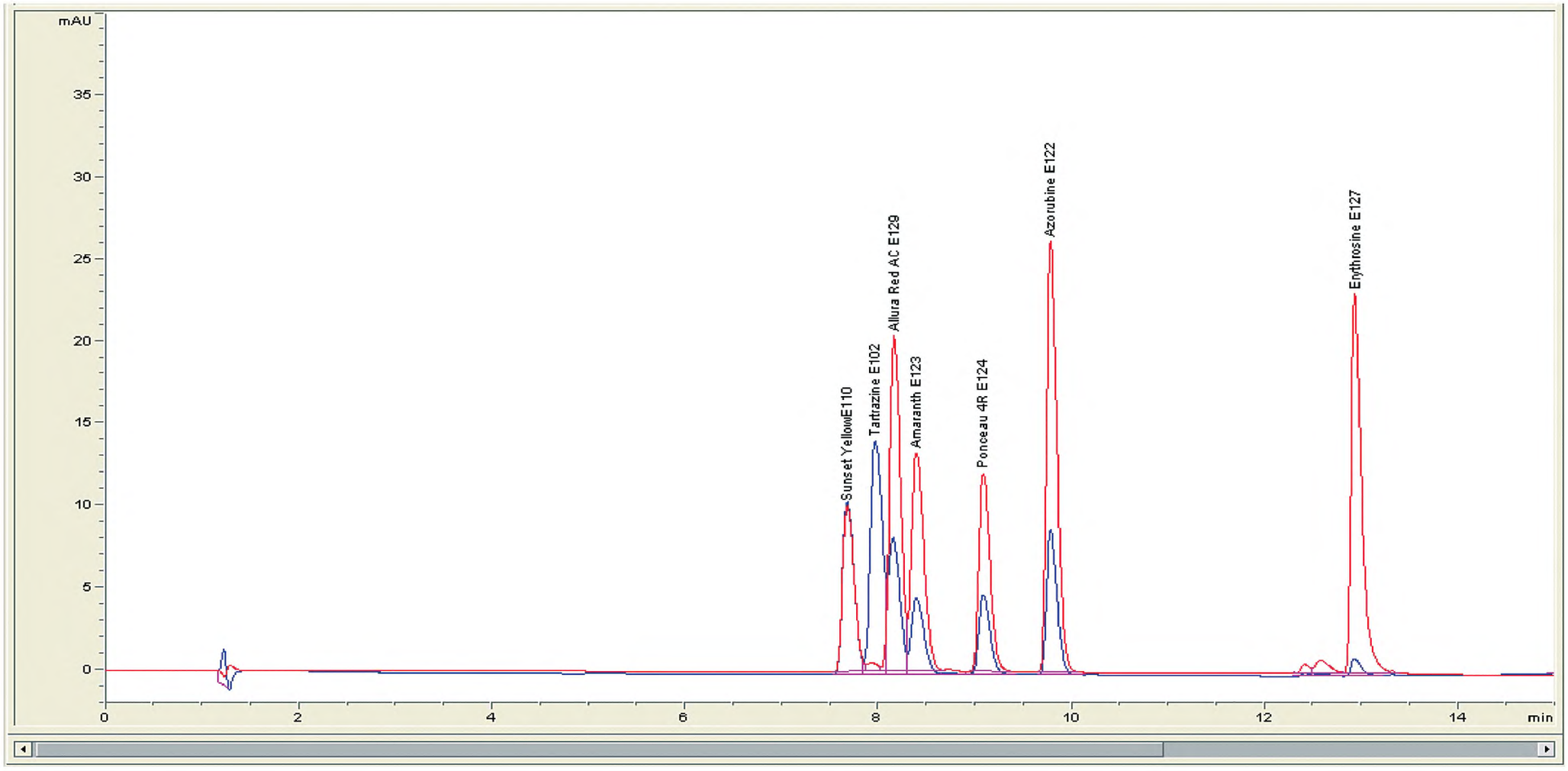


Рисунок А.1 — Типичная хроматограмма смеси синтетических красителей

УДК 663.2/.8.051:543.544.5:006.354

МКС 67.160.10
67.160.20
67.220.20
71.040.40

Ключевые слова: синтетические красители, алкогольная продукция, безалкогольная продукция, соковая продукция, соки, продукты переработки, фрукты, овощи, ягоды, вкусоароматические добавки, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 29.03.2019. Подписано в печать 12.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,72.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru