

Додаток 2 до Вимог до
харчових ароматизаторів із
запахом диму (коптильних
ароматизаторів)
(пункт 6 розділу II)

Критерії якості для валідованих методів відбору зразків, ідентифікації та опису характеристик первинних продуктів

1. Основною вимогою до відбору зразків є отримання репрезентативного та однорідного лабораторного зразка.

Аналітик (фахівець лабораторії) повинен упевнитись, що зразки під час їх підготовки не були забруднені. Для мінімізації ризику забруднення, контейнери перед використанням потрібно промити ацетоном або гексаном високої чистоти (Х.Ч., або еквівалент ВЕРХ). Де це можливо, пристрій, який контактує зі зразком, повинен бути зроблений з інертного матеріалу – наприклад, зі скла, полірованої неіржавіючої сталі. Необхідно уникати використання пластиків – таких, як поліпропілен, тому що речовина, що аналізується, може мігрувати у такі матеріали.

Увесь матеріал зразка, що надходить у лабораторію, повинен використовуватися для підготовки тестового матеріалу. Тільки добре гомогенізовані зразки дають достовірні результати.

Ідентифікація первинного продукту здійснюється на підставі результату описового аналізу, який ідентифікує речовини, присутні в первинному продукті.

Характеристика первинного продукту оцінюється шляхом ідентифікації основних фізико-хімічних фракцій, представлених у кількісному вираженні та ідентифікації хімічних складників.

2. Валідований метод ідентифікації та опису характеристик, що обирається лабораторією, повинен відповідати критеріям якості, наведеним у таблицях 1 і 2 цього додатку.

Таблиця 1

Критерії якості для методів ідентифікації та кількісного визначення хімічних складових у масі без розчинників та у летючій фракції первинних продуктів

№ з/п	Параметр	Значення/Коментар
1	Маса без розчинника (маса матеріалу після видалення розчинника, яким зазвичай є вода)	Ідентифікується та виражається у кількісній формі щонайменше 50 % за масою
2	Летюча фракція (частина маси без розчинника, яка є летючою та аналізується за допомогою газової хроматографії)	Ідентифікується та виражається у кількісній формі щонайменше 80 % за масою

Таблиця 2

Мінімальні критерії якості методу для аналізу поліциклічних ароматичних вуглеводнів (ПАВ)

№ з/п	Показник (ПАВ)	RSD _i *, %	RSD _r *, %	RSD _R *, %	LOD***, мкг/кг	LOQ***, мкг/кг	Аналітичний діапазон***, мкг/кг	Вилучення*, %
1	бензо[<i>a</i>]пірен	20	20	40	1,5	5,0	5,0-15	75-110
2	бензо[<i>a</i>]антрацен	20	20	40	3,0	10	10-30	75-110
3	циклопента[<i>cd</i>]пірен** дібензо[<i>a,e</i>]пірен** дібензо[<i>a,i</i>]пірен** дібензо [<i>a,h</i>]пірен**	35	35	70	5,0	15	15-45	50-110
4	хризен 5-метилхризен бензо[<i>b</i>]флуорантен бензо[<i>j</i>]флуорантен бензо[<i>k</i>]флуорантен індено[123- <i>cd</i>]пірен дібензо[<i>a,h</i>]антрацен бензо[<i>ghi</i>]перілен дібензо[<i>a,l</i>]пірен	25	25	50	5,0	15	10-30	60-110

Примітки 1: * У всьому аналітичному діапазоні.

** Значення RSD_i, RSD_r та RSD_R є відносно високими внаслідок низької стабільності показників, що досліджуються, у первинних конденсатах диму.

*** Відкоригований для вилучення.

Примітки 2:

1. LOQ – межа кількісного визначення.
 2. LOD – межа виявлення.
 3. S_i – стандартне відхилення для однієї лабораторії, розраховане на основі результатів, отриманих за умов повторюваності, визначених у ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 «Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення» (стандартне відхилення повторюваності, оцінене в одній лабораторії згідно з «Гармонізованими настановами щодо підтвердження методів аналізу в одній лабораторії», що застосовуються відповідно до законодавства Європейського Союзу).
 4. S_r – середнє значення в межах стандартного лабораторного відхилення, розраховане на основі результатів, отриманих за умов повторюваності, визначених у ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 «Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення» у рамках спільної серії лабораторних аналізів, в якій беруть участь мінімум вісім лабораторій, що здійснюється згідно з Протоколом планування, проведення та тлумачення досліджень якості методу, що застосовується відповідно до законодавства Європейського Союзу.
 5. S_R – стандартне відхилення між лабораторіями, розраховане на основі результатів, отриманих за умов відтворюваності, визначених у ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 «Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення та визначення», та згідно з Протоколом планування, проведення та тлумачення досліджень якості методу, що застосовується відповідно до законодавства Європейського Союзу.
 6. RSD_i – відносне стандартне відхилення повторюваності в одній лабораторії (S_i , виражено у відсотках від значення, що вимірюється).
 7. RSD_r – відносне середнє стандартне відхилення відтворюваності (S_r , виражено у відсотках від значення, що вимірюється).
 8. RSD_R – відносне стандартне відхилення відтворюваності (S_R , виражена у відсотках від значення, що вимірюється).
-