

---

## CUPRINS

1. SPECTROSCOPIA DE ABSORBȚIE ÎN UV-VIS .....	11
1.1. Sursa de lumină .....	12
1.2. Selectarea lungimii de undă .....	12
1.3. Analiza probei .....	13
1.4. Detecția .....	14
1.5. Analiză spectroscopică UV-Vis, spectru de absorbție și unități de Absorbanță .....	14
2. ANALIZA CROMATOGRAFICĂ .....	21
2.1. Clasificarea tehnicilor cromatografice .....	23
2.2. Metode de prelucrare a informației cromatografice .....	25
2.3. Detecția .....	27
2.4. Optimizarea metodei .....	28
3. SPECTROSCOPIA DE ABSORBȚIE ATOMICĂ .....	31
3.1. Principiile de bază ale AAS .....	31
3.2. Tehnici de atomizare .....	32
3.2.1. <i>Spectroscopia de absorbție atomică în flacără (FAAS)</i> .....	32
3.2.2. <i>Spectroscopia de absorbție atomică în cuptor de grafit (GFAAS)</i> .....	33
3.2.3. <i>Tehnici specializate de atomizare</i> .....	34
3.3. Interpretarea rezultatelor în AAS .....	34
4. VALIDAREA METODELOR DE ANALIZĂ .....	37
4.1. Necesitatea validării metodei .....	37
4.2. Stabilirea gradului de extindere al validării .....	37
4.3. Condițiile tehnice în care se realizează validarea metodei .....	38
4.4. Parametrii validării .....	38
4.5. Modalități de evaluare a parametrilor de performanță .....	40
4.6. Raportul de validare .....	44
5. DEZVOLTAREA ȘI VALIDAREA UNEI METODE DE DETERMINARE A ACESULFAMULUI K, ZAHARINEI, ASPARTAMULUI, CAFEINEI ȘI ACIDULUI BENZOIC DIN BĂUTURI RĂCORITOARE .....	46
5.1. Principiu .....	46
5.2. Materiale și metodă .....	46
5.3. Optimizarea și alegerea metodei HPLC .....	47

---

5.4. Validarea metodei. Determinarea parametrilor de performanță ai metodei adoptate .....	49
5.4.1. <i>Trasabilitatea metodei</i> .....	49
5.4.1.1. <i>Liniaritatea metodei pentru etaloane pure</i> .....	49
5.4.1.2. <i>Trasabilitatea metodei pentru eșantioane reale</i> .....	50
5.4.2. <i>Fidelitatea metodei</i> .....	54
5.4.2.1. <i>Reproductibilitatea</i> .....	54
5.4.2.2. <i>Repetabilitatea</i> .....	54
5.4.3. <i>Robustețea metodei</i> .....	55
5.4.4. <i>Deplasarea metodei</i> .....	56
5.4.5. <i>Limita de detecție</i> .....	57
5.5. Evaluarea incertitudinii de măsurare la cuantificarea acesulfamului K, zaharinei, aspartamului și acidului benzoic din băuturile răcoritoare prin metoda dezvoltată .....	58
5.5.1. <i>Etapa 1: Specificația</i> .....	60
5.5.2. <i>Etapa 2: Identificarea și analiza surselor de incertitudine</i> .....	61
5.5.3. <i>Etapa 3: Cuantificarea componentelor incertitudinii</i> .....	61
5.5.4. <i>Etapa 4: Calculul incertitudinii standard compuse</i> .....	63
5.6. Concluzii .....	63
6. DEZVOLTAREA ȘI VALIDAREA UNEI METODE HPLC DE DETERMINARE A ACIDULUI BENZOIC DIN SOSURI ȘI KETCHUP .....	65
6.1. Principiu .....	66
6.2. Materiale și metodă .....	67
6.3. Validarea metodei. Determinarea parametrilor de performanță ai metodei adoptate .....	68
6.3.1. <i>Liniaritatea metodei pentru etaloane pure</i> .....	68
6.3.2. <i>Trasabilitatea metodei pentru eșantioane reale</i> .....	70
6.3.3. <i>Reproductibilitatea</i> .....	71
6.3.4. <i>Repetabilitatea</i> .....	72
6.3.5. <i>Robustețea metodei</i> .....	72
6.3.6. <i>Deplasarea metodei</i> .....	73
6.3.7. <i>Limita de detecție</i> .....	74
6.4. Concluzii .....	75

---

7. DEZVOLTAREA ȘI VALIDAREA UNEI METODE DE DETERMINARE A UNOR EDULCORANȚI INTENSIVI DIN PRODUSE DE CAMELAJ .....	76
7.1. Principiu.....	77
7.2. Materiale și metodă .....	77
7.3. Validarea metodei și determinarea parametrilor de performanță .	78
7.3.1. <i>Trasabilitatea metodei</i> .....	78
7.3.1.1. <i>Liniaritatea metodei pentru etaloane pure</i> .....	78
7.3.1.2. <i>Trasabilitatea metodei pentru eșantioane reale</i> .....	79
7.3.2. <i>Fidelitatea metodei</i> .....	81
7.3.2.1. <i>Reproductibilitatea</i> .....	81
7.3.2.2. <i>Repetabilitatea</i> .....	82
7.3.3. <i>Robustețea metodei</i> .....	83
7.3.4. <i>Deplasarea metodei</i> .....	84
7.3.5. <i>Limita de detecție</i> .....	84
7.4. Evaluarea incertitudinii de măsurare la cuantificarea acesulfamului K și zaharinei din produse de caramelaj prin metoda dezvoltată.....	86
7.4.1. <i>Etapa 1: Specificație</i> .....	87
7.4.2. <i>Etapa 2: Identificare și analiză surse de incertitudine</i> .....	89
7.4.3. <i>Etapa 3: Cuantificare componente de incertitudine</i> .....	90
7.4.4. <i>Etapa 4: Calcul incertitudine standard compusă</i> .....	91
7.5. Concluzii .....	93
8. DEZVOLTAREA ȘI VALIDAREA UNEI METODE DE DETERMINARE A UNOR COLORANȚI DIN BĂUTURILE RĂCORITOARE .....	94
8.1. Principiu.....	96
8.2. Materiale și metodă .....	97
8.3. Validarea metodei. Determinarea parametrilor de performanță ai metodei adoptate .....	98
8.3.1. <i>Trasabilitatea metodei</i> .....	98
8.3.1.1. <i>Liniaritatea metodei pentru etaloane pure</i> .....	98
8.3.1.2. <i>Trasabilitatea metodei pentru eșantioane reale</i> .....	100
8.3.2. <i>Fidelitatea metodei</i> .....	103
8.3.2.1. <i>Reproductibilitatea</i> .....	103
8.3.2.2. <i>Repetabilitatea</i> .....	103
8.3.3. <i>Robustețea metodei</i> .....	105
8.3.4. <i>Deplasarea metodei</i> .....	107

---

8.3.5. <i>Limita de detecție</i> .....	108
8.4. <i>Concluzii</i> .....	109
9. DEZVOLTAREA ȘI VALIDAREA UNEI METODE DE DETERMINARE A PLUMBULUI ȘI CADMIULUI DIN SUCURI DE FRUCTE .....	110
9.1. <i>Introducere</i> .....	110
9.2. <i>Materiale și metode</i> .....	111
9.3. <i>Validarea metodei</i> .....	113
9.3.1. <i>Selectivitate/specificitate</i> .....	113
9.3.2. <i>Studiu de recuperare</i> .....	114
9.3.3. <i>Repetabilitatea</i> .....	116
9.3.4. <i>Reproductibilitatea</i> .....	117
9.3.5. <i>Limite instrumentale/ale metodei de detecție și de cuantificare</i> .....	117
9.3.6. <i>Măsurarea incertitudinii</i> .....	118
9.4. <i>Concluzii</i> .....	119
10. DEZVOLTAREA ȘI VALIDAREA UNEI METODE DE DETERMINARE A STANIULUI DIN SUCURI DE FRUCTE .....	121
10.1. <i>Materiale și metode</i> .....	122
10.1.1. <i>Aparatură</i> .....	122
10.1.2. <i>Reactivi</i> .....	122
10.1.3. <i>Pregătirea probei și digestia</i> .....	122
10.2. <i>Rezultate și discuții</i> .....	123
10.2.1. <i>Studiu de recuperare</i> .....	124
10.2.2. <i>Repetabilitate</i> .....	125
10.2.3. <i>Reproductibilitate</i> .....	126
10.2.4. <i>Limite de detecție și de cuantificare</i> .....	127
10.2.5. <i>Interval de liniaritate și curbe de calibrare</i> .....	128
10.2.6. <i>Măsurarea incertitudinii</i> .....	128
10.3. <i>Concluzii</i> .....	129
11. DETERMINAREA CONȚINUTULUI DE NITRIȚI ȘI NITRAȚI DIN PRODUSE DE LEGUME, FRUCTE ȘI LEGUME CU CARNE .....	130
11.1. <i>Principiul metodei (STAS 11581-83)</i> .....	130
11.2. <i>Materiale și metodă</i> .....	130
11.2.1. <i>Reactivi</i> .....	130
11.2.2. <i>Pregătirea probei</i> .....	132
11.2.3. <i>Modul de lucru</i> .....	132

---

11.3. Calcul și exprimarea rezultatelor .....	134
11.3.1. <i>Calculul conținutului de nitriți</i> .....	134
11.3.2. <i>Calculul conținutului de nitrați</i> .....	134
11.3.3. <i>Calculul conținutului de ioni nitriți (NO<sub>2</sub>) și ioni nitrați (NO<sub>3</sub>)</i> ....	135
12. DETERMINAREA LICHID CROMATOGRAFICĂ A 5–HIDROXIMETIL-FURFURALULUI (HMF) .....	136
12.1. Principul metodei .....	136
2.2. Materiale și metodă .....	136
12.2.1. <i>Reactivi</i> .....	136
12.2.2. <i>Aparatură și materiale</i> .....	137
12.2.3. <i>Modul de lucru</i> .....	137
12.3. Calcul .....	138
BIBLIOGRAFIE .....	139

