МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 14083-2013

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение следовых элементов

Определение свинца, кадмия, хрома и молибдена с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи с предварительной минерализацией пробы при повышенном давлении

(EN 14083:2003, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 – 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт консервной и овощесушильной промышленности (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 335)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 61-П от 5 ноября 2013 г.)

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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 14083:2003 Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение свинца, кадмия, хрома и молибдена с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи с предварительной минерализацией пробы при повышенном давлении).

Международный стандарт разработан техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы», секретариатом которого считается DIN.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1745-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 14083-2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2013

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
2 Нормативные ссылки
3 Сущность метода
4 Реактивы
5 Приборы и оборудование
6 Процедура проведения испытания
7 Обработка результатов
8 Пределы количественного определения
9 Прецизионность
10 Протокол испытаний
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам
Библиография

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение следовых элементов

Определение свинца, кадмия, хрома и молибдена с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи с предварительной минерализацией пробы при повышенном давлении

Foodstuffs.
Determination of trace elements.
Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion

Дата введения – 2015–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и устанавливает метод определения свинца, кадмия, хрома и молибдена с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией пробы в графитовой печи с применением предварительной минерализации пробы при повышенном давлении.

Настоящий стандарт не распространяется на пищевые продукты, методы определения указанных элементов в которых регламентированы специальными стандартами, что необходимо иметь в виду при выборе метода определения.

2 Нормативные ссылки

Приведенные ниже ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего стандарта. Датированные ссылки предполагают возможность использования только указанного издания документа. В случае недатированных ссылок используют последнее издание документа, включая все дополнения.

EN 13804 Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб)

EN 13805 Foodstuffs – Determination of trace elements – Pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении)

3 Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы в соответствии с EN 13805 и последующем количественном определении свинца, кадмия, хрома и молибдена с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи [1], [2], [4].

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Применение настоящего стандарта предусматривает использование опасных веществ, материалов, процедур и оборудования. В задачи настоящего стандарта не входит решение проблем, связанных с обеспечением безопасности при его применении. Ответственность за принятие надлежащих мер предосторожности и соблюдение правил техники безопасности лежит на пользователе настоящего стандарта.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Для проведения испытания используют только реактивы и воду с достаточно низким содержанием определяемых элементов, не влияющим на результаты испытания.

4.2 Кислота соляная массовой долей не менее 25 %, плотностью около 1,13 г/см^3, пригодная для использования при определении следовых количеств элементов.

4.3 Кислота азотная массовой долей не менее 65 % и плотностью около

1,4 г/см^3, пригодная для использования при определении следовых количеств элементов.

4.4 Основные растворы определяемых элементов

Примечание – Основные растворы свинца, кадмия, хрома и молибдена готовят из этих элементов в форме металлов или их солей. Рекомендуется использовать готовые аттестованные стандартные растворы, если таковые доступны для приобретения. Ниже приведены примеры способов приготовления основных растворов.

4.4.1 Свинец, основной раствор массовой концентрации 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,598 г нитрата свинца ($Pb(NO_3)_2$) в некотором объеме раствора азотной кислоты, приготовленного путем разбавления 10 см^3 азотной кислоты по 4.3 до 1000 см^3 водой. Объем полученного раствора доводят до 1000 см^3 раствором азотной кислоты той же концентрации.

4.4.2 Кадмий, основной раствор массовой концентрации 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,000 г металлического кадмия в минимальном объеме раствора соляной кислоты, приготовленного путем разбавления 10 см^3 соляной кислоты по 4.2 до 1000 см^3 водой. Объем полученного раствора доводят до 1000 см^3 раствором соляной кислоты той же концентрации.

4.4.3 Хром, основной раствор массовой концентрации 1000 мг/дм^3

Растворяют 3,735 г хромата калия (K_2CrO_4) в некотором объеме воды, после чего объем полученного раствора доводят до 1000 см^3 водой.

4.4.4 Молибден, основной раствор массовой концентрации 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,840 г гептамолибдата аммония ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) в некотором объеме раствора аммиака, приготовленного путем разбавления до 1000 см^3 водой 10 см^3 раствора аммиака массовой долей не менее 25 % и плотностью 0,91 г/см^3. Объем полученного раствора доводят до 1000 см^3 раствором аммиака той же концентрации.

4.5 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы готовят путем разбавления основных растворов до нужной массовой концентрации. Массовая концентрация определяемых элементов в градуировочных растворах не должна выходить за границу диапазона линейности градуировочной характеристики. Для градуировки рекомендуется использовать не менее трех градуировочных растворов различных массовых концентраций. В соответствии с EN 13805 в градуировочные растворы добавляют азотную кислоту в объеме, необходимом для обеспечения той же ее массовой концентрации, что и в растворе пробы для анализа.

4.6 Фоновый раствор

Готовят водный раствор азотной кислоты той же массовой концентрации, что и в растворе пробы для анализа.

4.7 Модификатор матрицы

4.7.1 Общие положения

Ниже приведены варианты модификаторов матрицы, которые могут использоваться в разнообразных сочетаниях и при различных массовых концентрациях. При выборе модификатора для оптимизации условий измерения следует руководствоваться рекомендациями изготовителя спектрометра. Взамен растворов по 4.7.2–4.7.5 допускается использовать готовые растворы нитрата магния и нитрата палладия, доступные для приобретения.

Примечание – Аналитик должен быть компетентен в вопросах применения модификаторов матрицы для определения данных элементов при оптимизации температурной программы графитовой печи.

4.7.2 Магний азотнокислый, раствор

Растворяют 0,25 гексагидрата нитрата магния ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) в 100 $см^3$ воды.

4.7.3 Смешанный раствор палладия и магния азотнокислого

Растворяют 0,075 г металлического палладия в 2 $см^3$ горячей азотной кислоты по 4.3, объем полученного раствора доводят до 25 $см^3$ водой, добавляют 0,05 г гексагидрата нитрата магния ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$), после чего объем

раствора доводят водой до 50 $см^3$.

4.7.4 Смешанный раствор аммония фосфорнокислого и магния азотнокислого

Растворяют 0,5 г однозамещенного фосфата аммония ($NH_4H_2PO_4$) в некотором количестве воды, добавляют 0,05 г гексагидрата нитрата магния ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) и 1 $см^3$ азотной кислоты по 4.3, после чего объем раствора доводят водой до 50 $см^3$.

4.7.5 Смешанный раствор палладия и аскорбиновой кислоты

Для приготовления раствора А к 1 $см^3$ основного раствора палладия массовой концентрации 10 г/$дм^3$ добавляют 500 $мм^3$ соляной кислоты по 4.2, объем полученного раствора доводят водой до 10 $см^3$.

Для приготовления раствора В 1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 $см^3$ воды.

Смешанный раствор палладия и аскорбиновой кислоты готовят смешиванием одной объемной части раствора А с одной объемной частью раствора В.

5 Приборы и оборудование

5.1 Общие положения

С целью снижения вероятности попадания определяемых элементов в пробу и анализируемые растворы извне, все оборудование, напрямую контактирующее с ними, тщательно обрабатывают в соответствии с процедурой, описанной в EN 13804.

5.2 Спектрометр атомно-абсорбционный с графитовой печью с подводкой аргона, снабженный корректором неселективного фонового поглощения на основе эффекта Зеемана и системой регистрации аналитического сигнала.

5.3 Кюветы графитовые

Рекомендуется использовать графитовые кюветы с пиролитическим покрытием и с интегрированной платформой Львова или без нее.

5.4 Устройство автоматическое ввода анализируемого раствора в спектрометр (автосамплер).

5.5 Источники резонансного излучения свинца, кадмия, хрома и молибдена (лампы с полым катодом или безэлектродные лампы высокочастотного разряда).

6 Процедура проведения испытания

6.1 Приготовление раствора пробы для анализа

Раствор пробы для анализа методом атомно-абсорбционной спектрометрии готовят путем минерализации пробы при повышенном давлении в соответствии с EN 13805 без каких-либо дополнительных операций.

6.2 Процедура измерения методом атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией в графитовой печи

6.2.1 Параметры работы атомно-абсорбционного спектрометра

Настройку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в день проведения испытания в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Подбирают оптимальную температурную программу работы графитовой печи, по возможности, с использованием матрицы пробы. В частности, определяют оптимальные температуру и продолжительность стадий пиролиза матрицы пробы и атомизации. В дополнение к этому целесообразно проверить влияние модификаторов матрицы и объема инжекции раствора пробы на результаты измерений. Примеры установки рабочих параметров спектрометра приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры работы атомно-абсорбционного спектрометра

Параметр	Свинец	Кадмий	Хром	Молибден
Источник излучения	Лампа с полым катодом			
Длина волны, нм	283,3	228,8	357,9	313,3
Ширина оптической щели, нм	0,7	0,7	0,7	0,7

6.2.2 Проведение измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии

6.2.2.1 Общие положения

Проводят спектрометрический анализ аликвоты раствора пробы и измеряют величину атомной абсорбции. В случае отсутствия существенной разницы в углах наклона градуировочных графиков, полученных методом внешнего стандарта и методом стандартных добавок, количественный анализ допускается проводить с применением градуировки по методу внешнего стандарта. Для снижения уровня матричных помех используют модификаторы матрицы по 4.7 и графитовые кюветы с платформой Львова.

Примечание – Аналитический сигнал на стадии атомизации измеряют в виде высоты или площади пика. При использовании кюветы с платформой Львова рекомендуется измерять аналитический сигнал в виде площади пика.

6.2.2.2 Количественный анализ с применением градуировки по методу внешнего стандарта

Компенсируют фоновый сигнал спектрометра по фоновому раствору по 4.6. Для установления градуировочной характеристики проводят измерения абсорбции градуировочных растворов различных массовых концентраций определяемых элементов. При построении градуировочного графика в системе координат откладывают значения массовых концентраций градуировочных растворов против соответствующих значений абсорбции.

Примечание – Современные атомно-абсорбционные спектрометры позволяют проводить автоматический расчет градуировочной характеристики и представлять результат измерения непосредственно в виде массовой концентрации определяемого элемента в растворе пробы

Для каждого элемента устанавливают диапазон линейности градуировочной характеристики и регулярно проверяют его стабильность. Диапазон градуировки должен находиться в пределах этого линейного участка и охватывать диапазон ожидаемых массовых концентраций определяемого элемента в растворе минерализованной пробы.

Проводят спектрометрический анализ раствора пробы после минерализации. Если массовая концентрация определяемого элемента выходит за границы диапазона градуировки, раствор пробы разбавляют в соответствующей

степени.

При серийных измерениях большого числа проб периодически проверяют стабильность фоновой абсорбции и градуировочной характеристики.

6.2.2.3 Количественный анализ с применением градуировки по методу стандартных добавок

Для каждого элемента устанавливают диапазон линейности градуировочной характеристики, как и при использовании градуировки по методу внешнего стандарта по 6.2.2.1. Проведение измерений в диапазоне линейной зависимости абсорбции от массовой концентрации является важным условием при использовании метода стандартных добавок.

Градуировочный график строят не менее чем по трем точкам, две из которых должны относиться к раствору пробы с добавлением стандартного раствора определяемого элемента. Наибольшая добавленная массовая концентрация определяемого элемента должна в 3–5 раз превосходить его массовую концентрацию в растворе пробы без стандартной добавки и в два раза превосходить его наименьшую добавленную концентрацию. При построении градуировочного графика в системе координат откладывают добавленную массовую концентрацию определяемого элемента против соответствующих значения абсорбции. Концентрацию определяемого элемента в растворе пробы без стандартной добавки находят путем экстраполяции прямой линии, соединяющей градуировочные точки, до пересечения с осью координат, соответствующей концентрации элемента в растворе.

При использовании атомно-абсорбционных спектрометров, оснащенных автосамплером, данный метод реализуется путем непосредственного введения добавляемого градуировочного раствора в графитовую кювету, минуя операцию его добавления в раствор пробы, что практически исключает вероятность случайного попадания определяемого элемента в раствор пробы для анализа.

6.3 Контроль качества результатов испытаний

Для контроля качества результатов испытаний используют холостые растворы и образцы сравнения с достоверно известным содержанием определяемого элемента, которые, согласно EN 13804, испытывают в общем потоке проб. Испытание образцов сравнения должно включать все операции, содер-

жащиеся в методике, включая минерализацию.

7 Обработка результатов

Содержание определяемого элемента в пробе, w, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$w = \frac{a\ V\ F}{m}, \qquad (1)$$

где a – массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мг/дм^3;

V – объем раствора пробы после минерализации, см^3;

F – коэффициент, учитывающий кратность разбавления раствора пробы после минерализации;

m – масса анализируемой пробы, г.

При необходимости результат испытания корректируют с учетом результатов холостого опыта путем вычитания массовой концентрации элемента в холостом растворе из массовой концентрации элемента в растворе пробы.

8 Пределы количественного определения

Для проведения испытаний пригоден атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий пределы количественного определения элементов при объеме ввода анализируемого раствора 20 мм^3 не ниже указанных в таблице 2.

Таблица 2 – Требования к пределам количественного определения элементов в анализируемом растворе

Определяемый элемент	Свинец	Кадмий	Хром	Молибден
Предел количественного определения в анализируемом растворе, мг/дм^3	0,004	0,0004	0,004	0,004

Согласно EN 13804 предел количественного определения элемента в растворе зависит от следующих факторов.

– вида графитовой кюветы;

– температурной программы работы печи;

– количества и вида компонентов матрицы, присутствующих в растворе минерализованной пробы.

Применительно к анализируемой пробе продукта предел количественного определения зависит от массы анализируемой пробы, взятой для минерализации и от конечного объема раствора минерализованной пробы. В таблице 3 приведены варианты таковых пределов количественного определения.

Таблица 3 – Варианты пределов количественного определения элементов в пробе продукта

Масса пробы для анализа, г	Объем раствора минерализованной пробы, $см^3$	Предел количественного определения, мг/кг			
		Свинец	Кадмий	Хром	Молибден
0,5	20	0,16	0,016	0,16	0,16
2,0	20	0,04	0,004	0,04	0,04

9 Прецизионность

9.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении А. Значения метрологических характеристик, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть не применимы к другим содержаниям аналита и другим типам матриц, чем те, что указаны в данном приложении.

9.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r, значения которого приведены в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

9.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования не должно превышать предел воспроизводимости R, значения ко-

торого приведены в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

Таблица 4 – Пределы повторяемости и воспроизводимости

Наименование элемента	Проба	$\bar{x}$, мг/кг	r, мг/кг	R, мг/кг
Свинец	Печень говяжья лиофилизированная	4,40	0,53	1,85
	Мука пшеничная непросеянная	0,37	0,12	0,26
	Мясо говяжье лиофилизированное	0,23	0,04	0,09
	Паприка зеленая лиофилизированная	0,10	0,04	0,13
	Порошок томатный	0,64	0,21	0,44
	Порошок шпинатный	1,24	0,38	0,62
Кадмий	Печень говяжья лиофилизированная	2,04	0,33	0,68
	Мука пшеничная непросеянная	0,16	0,03	0,05
	Мясо говяжье лиофилизированное	0,014	0,004	0,008
	Паприка зеленая лиофилизированная	0,38	0,06	0,22
	Порошок томатный	0,19	0,02	0,08
	Порошок шпинатный	0,40	0,05	0,13
Хром	Печень говяжья лиофилизированная	0,19	0,09	0,14
	Питание детское (сбалансированный рацион)	0,17	0,03	0,09
	Печенье из непросеянной муки	0,06	0,03	0,08
	Печень свиная лиофилизированная	0,17	0,09	0,15
	Порошок рисовый	0,11	0,06	0,11
	Капуста белокочанная	0,97	0,41	0,63
Молибден	Печень говяжья лиофилизированная	4,20	0,73	1,75
	Детское питание (сбалансированный рацион)	0,50	0,09	0,30
	Печенье из непросеянной муки	0,34	0,05	0,12
	Печень свиная лиофилизированная	4,33	0,74	2,31
	Порошок рисовый	0,56	0,14	0,31
	Капуста белокочанная	0,90	0,30	0,44

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать как минимум следующие сведения:

a) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

b) указание использованного метода испытания с ссылкой на настоящий стандарт;

c) результаты испытания с указанием единиц измерения;

d) дату и способ отбора пробы (если известен);

e) дату окончания проведения испытания

f) указание на то, был ли соблюден предел повторяемости;

g) все операции, не оговоренные в методике или рассматриваемые как необязательные, которые могли повлиять на результат испытания.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода установлена рабочей группой «Сбалансированные рационы питания – Анализ следовых элементов» Федеральной службы здравоохранения Германии в целях реализации статьи 35 Федерального закона о пищевых продуктах и рабочей группой «Неорганические компоненты пищевых продуктов» в составе исследовательской группы Общества химии пищевых продуктов при Германском химическом обществе и подтверждена результатами межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с [3]. Результаты межлабораторных испытаний приведены в таблице А.1. В таблице А.2. приведены характеристики точности метода, основанные на результатах испытаний аттестованных образцов сравнения.

Таблица А.1 Результаты межлабораторных испытаний

Наименование элемента	Параметр	Проба					
		Печень говяжья лиофилизированная	Мука пшеничная непросеянная	Мясо говяжье лиофилизированное	Паприка зеленая лиофилизированная	Порошок томатный	Порошок шпинатный
Pb	Год проведения испытаний	1989	1989	1994	1995	1995	1997
	Количество лабораторий-участников	14	14	11	13	15	11
	Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	10	11	13	10
	Количество выбросов (лабораторий)	2	2	1	2	2	1
	Количество принятых результатов	60	60	20	22	26	39
	Среднее значение $\bar{X}$, мг/кг	4,40	0,37	0,23	0,10	0,64	1,24
	Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,19	0,04	0,02	0,01	0,08	0,13
	Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	4,3	11,6	6,4	13,1	11,9	10,7
	Предел повторяемости r, мг/кг	0,53	0,12	0,04	0,04	0,21	0,38
	Относительное стандартное отклонение повторяемости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	8	12	13	15	11	10
	Значение индекса Горвица для повторяемости	0,51	0,94	0,49	0,88	1,05	1,06
	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,65	0,09	0,03	0,04	0,15	0,22
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	15	25	14	44	24	18
	Предел воспроизводимости R, мг/кг	1,85	0,26	0,09	0,13	0,44	0,62
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	13	19	20	23	17	15
	Значение индекса Горвица для воспроизводимости	1,16	1,33	0,71	1,95	1,42	1,15

Продолжение таблицы А.1

Наименование элемента	Параметр	Проба					
		Печень говяжья лиофилизированная	Мука пшеничная непросеянная	Мясо говяжье лиофилизированное	Паприка зеленая лиофилизированная	Порошок томатный	Порошок шпинатный
Cd	Год проведения испытаний	1989	1989	1994	1995	1995	1997
	Количество лабораторий-участников	14	14	12	15	17	12
	Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	11	13	15	12
	Количество выбросов (лабораторий)	2	2	1	2	2	0
	Количество принятых результатов	60	60	22	26	30	46
	Среднее значение $\overline{X}$, мг/кг	2,04	0,16	0,014	0,38	0,19	0,40
	Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	0,12	0,01	0,002	0,02	0,01	0,02
	Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	5,7	6,1	11,6	5,5	4,4	4,2
	Предел повторяемости r, мг/кг	0,33	0,03	0,004	0,06	0,02	0,05
	Относительное стандартное отклонениеповторяемости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	10	14	20	12	14	12
	Значение индекса Горвица для повторяемости	0,60	0,44	0,58	0,45	0,32	0,35
	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,24	0,02	0,03	0,08	0,03	0,05
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_r, %	12	10	22	20	14	12
	Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,68	0,05	0,008	0,22	0,08	0,13
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	14	21	30	19	21	18
	Значение индекса Горвица для воспроизводимости	0,81	0,47	0,72	1,09	0,69	0,64

Продолжение таблицы А.1

Наименование элемента	Параметр	Проба					
		Печень говяжья лиофилизированная	Детское питание (сбалансированный рацион)	Печенье из непросеянной муки	Печень свиная лиофилизированная	Порошок рисовый	Капуста белокочанная
Cr	Год проведения испытаний	1989	1991	1991	1999	1999	1999
	Количество лабораторий-участников	14	14	14	18	19	19
	Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	12	15	15	16
	Количество выбросов (лабораторий)	2	2	2	3	4	3
	Количество принятых результатов	60	60	60	80	77	85
	Среднее значение $\bar{X}$, мг/кг	0,19	0,17	0,06	0,17	0,11	0,97
	Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/кг	0,03	0,01	0,01	0,03	0,02	0,145
	Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	17,4	7,3	20,2	18,0	19,2	15,0
	Предел повторяемости r, мг/кг	0,09	0,03	0,03	0,09	0,06	0,41
	Относительное стандартное отклонениеповторяемости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	14	14	16	14	15	11
	Значение индекса Горвица для повторяемости	1,28	0,53	1,24	1,31	1,32	1,41
	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,05	0,03	0,03	0,05	0,04	0,22
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_r, %	27	19	53	30	35	23
	Предел воспроизводимости R, мг/кг	0,14	0,09	0,08	0,15	0,11	0,63
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	21	21	25	21	22	16
	Значение индекса Горвица для воспроизводимости	1,32	0,92	2,1	1,44	1,59	1,43

Окончание таблицы А.1

Наименование элемента	Параметр	Проба					
		Печень говяжья лиофилизированная	Детское питание (сбалансированный рацион)	Печенье из непросеянной муки	Печень свиная лиофилизированная	Порошок рисовый	Капуста белокочанная
Mo	Год проведения испытаний	1989	1991	1991	1999	1999	1999
	Количество лабораторий-участников	14	14	14	14	15	13
	Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	12	12	15	10
	Количество выбросов (лабораторий)	2	2	2	2	0	3
	Количество принятых результатов	60	60	60	60	82	54
	Среднее значение $\bar{X}$, мг/кг	4,20	0,50	0,34	4,33	0,56	0,90
	Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/кг	0,26	0,03	0,02	0,26	0,05	0,11
	Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	6,1	6,6	5,4	6,1	8,7	11,8
	Предел повторяемости r, мг/кг	0,73	0,09	0,05	0,74	0,14	0,30
	Относительное стандартное отклонениеповторяемости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	9	12	12	9	11	11
	Значение индекса Горвица для повторяемости	0,72	0,57	0,43	0,71	0,76	1,1
	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,62	0,11	0,04	0,92	0,11	0,16
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	15	21	13	19	20	17
	Предел воспроизводимости R, мг/кг	1,75	0,30	0,12	2,31	0,31	0,44
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %, рассчитанное по уравнению Горвица	13	18	19	13	17	16
	Значение индекса Горвица для воспроизводимости	1.14	1.20	0,69	1,47	1,13	1,08

Таблица А.2 – Результаты испытаний аттестованных образцов сравнения

Наименование элемента	Проба	Аттестованное значение, мг/кг	Доверительный интервал аттестованного значения ($P = 0,95$)	Среднее значение результатов испытания, мг/кг
Pb	Мясо говяжье лиофилизированное BCR CRM 164	0,24	0,01	0,23
	Паприка зеленая лиофилизированная JRMM CBNM 403	0,11	0,02	0,10
	Порошок томатный JRMM CBNM 404	0,63	0,04	0,64
Cd	Мясо говяжье лиофилизированное BCR CRM 164	0,013	0,002	0,014
	Паприка зеленая лиофилизированная JRMM CBNM 403	0,39	0,01	0,38
	Порошок томатный JRMM CBNM 404	0,19	0,01	0,19
Cr	Печень свиная лиофилизированная ESB–SC–JUELICH	0,18	0,05	0,17
	Порошок рисовый LM1997–UK–CH	0,12	0,03	0,11
	Капуста белокочанная ESB–WK–JUELICH	0,90	0,11	0,97
Mo	Печень свиная лиофилизированная ESB–SC–JUELICH	4,50	0,20	4,33
	Порошок рисовый LM1997–UK–CH	0,54	0,03	0,56
	Капуста белокочанная ESB–WK–JUELICH	0,88	0,04	0,90

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 13804:2002 «Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation»	IDT	ГОСТ EN 13804-2013 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб
EN 13805:2002 «Foodstuffs – Determination of trace elements – Pressure digestion»	MOD	ГОСТ 31671-2012 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT – идентичный стандарт;
- MOD – модифицированный стандарт.

Библиография

[1] Weltz B., Sperling M.: Atomabsorptionsspectrometrie, Weinheim, Willey-VCH-Verlag, 1997

[2] Schlemmer G.: Atomabsorptionsspectrometrie in Matter, L., Lebensmittel und Umweltanalytik mit der Spectrometrie, Weinheim, VCH-Verlag, 1995

[3] ISO 5725:1986[1)] Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (в настоящее время заменен)
(Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний)

[4] Schlemmer G., Radziuk B.: Analytical Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, Birkhauser, 1998

[1)] В настоящее время действуют международные стандарты ISO 5725-1:1994, ISO 5725-2:1994, ISO 5725-3:1994, ISO 5725-4:1994, ISO 5725-5:1998 и ISO 5725-6:1994

УДК 663/664:543.6:006.354 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: продукты пищевые, определение свинца, кадмия, хрома, молибдена, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, атомизация в графитовой печи, минерализация пробы под давлением

gost.e-ecolog.ru