МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 12014-2-2014

# ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

## Определение нитрата и (или) нитрита

## Часть 2

## Определение нитрата в овощах и продуктах их переработки методами высокоэффективной жидкостной хроматографии и ионной хроматографии

(EN 12014-2:1997, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 5

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-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 |
|---|---|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01 августа 2014 г. № 848-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 12014-2-2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 12014-2:1997 Foodstuffs. Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 2. HPLC/IC method for the determination of nitrate content of vegetables and vegetable products (Продукты пищевые. Определение нитрата и (или) нитрита. Часть 2. Определение нитрата в овощах и продуктах их переработки методами высокоэффективной жидкостной хроматографии и ионной хроматографии).

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

Перевод с немецкого языка (de).

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

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2014

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 Прецизионность
9 Протокол испытаний
Приложение А (справочное) Типичные хроматограммы
Приложение В (справочное) Данные по прецизионности методики
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам
Библиография

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

## Определение нитрата и (или) нитрита

## Часть 2

## Определение нитрата в овощах и продуктах их переработки методами высокоэффективной жидкостной хроматографии и ионной хроматографии

Foodstuffs.
Determination of nitrate and/or nitrite content.
Part 2. HPLC/IC method for the determination of nitrate content of vegetables and vegetable products

**Дата введения – 2016–01–01**

### 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения нитрата в овощах и продуктах их переработки с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) и ионной хроматографии (ИХ). Диапазон измерений содержания нитрата данным методом – от 50 мг/кг до 3000 мг/кг.

### 2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит отдельные положения из других документов, обозначенных приведенными в данном разделе нормативными ссылками. Эти нормативные ссылки цитируются в соответствующих местах текста. Все последующие изменения документов, обозначенных датированными ссылками, допустимо использовать только после внесения соответствующих изменений в настоящий стандарт. Недатированные ссылки предполагают использование последнего издания документа, включая все изменения.

EN 12014–1 Foodstuffs. Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 1. General considerations (Продукты пищевые. Определение нитрата и (или) нитрита. Часть 1. Общие положения)

EN ISO 3696 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (ISO 3696: 1987) (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

**Издание официальное**

**3 Сущность метода**

Метод основан на экстрагировании нитрата из пробы горячей водой, очистке экстракта от мешающих компонентов матрицы путем обработки растворами Карреза или методом твердофазной экстракции и последующем анализе методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с применением спектрофотометрического детектирования в ультрафиолетовой области или методом ИХ с применением кондуктометрического детектирования [1].

**4 Реактивы**

Для проведения анализа при отсутствии особо оговоренных условий используют только реактивы гарантированной аналитической чистоты и дистиллированную воду или воду не ниже первой степени чистоты по EN ISO 3696.При приготовлении растворов следует принимать во внимание массовую долю основного вещества в реактиве.

4.1 Метанол для ВЭЖХ

4.2 Ацетонитрил для ВЭЖХ

**4.3 Кислота серная, раствор молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = 0,0125 моль/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, содержащую 800 см$^3$ воды, пипеткой вносят 20 см$^3$ серной кислоты массовой долей 96 % и плотностью 1,84 г/см$^3$. Содержимое колбы перемешивают, объем содержимого в колбе доводят до метки водой, после чего содержимое колбы снова перемешивают. Мерным цилиндром отмеряют порцию полученного раствора объемом 33 см$^3$ и переносят в другую мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, содержащую 500 см$^3$ воды. Объем содержимого колбы доводят до метки водой, содержимое колбы перемешивают.

**4.4 Раствор Карреза I**

Для приготовления раствора 150 г гексацианоферрата (II) калия $[K_4[Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ растворяют в некотором количестве воды, объем раство-

ра доводят до 1000 см$^3$ водой, раствор тщательно перемешивают. Полученный раствор хранят в сосуде из темного стекла. Срок годности раствора – 1 неделя.

**4.5 Раствор Карреза II**

Для приготовления раствора 200 г уксуснокислого цинка ($Zn(CH_3(COO)_2 \cdot 2H_2O$) растворяют в некотором количестве воды, к полученному раствору добавляют 30 см$^3$ уксусной кислоты, объем раствора доводят до 1000 см$^3$ водой.

**4.6 Нитрат-ион, основной раствор массовой концентрации $\rho(NO_3) = 1$ мг/см$^3$.**

Для приготовления раствора нитрат калия массой 1,6307 г, измеренной с точностью до 0,1 мг, растворяют в некотором количестве воды в мерной колбе вместимостью 1000 см$^3$. В колбу добавляют 15 см$^3$ серной кислоты массовой долей 96 % и плотностью 1,84 г/см$^3$, полученный раствор перемешивают, после объем содержимого колбы доводят до метки водой, полученный раствор снова перемешивают. Срок годности основного раствора – не менее 1 мес при хранении при температуре 4 °С.

Допускается в качестве основного раствора использовать доступные для приобретения готовые растворы.

**4.7 Нитрат-ион, градуировочный раствор I массовой концентрации $\rho(NO_3) = 50$ мкг/см$^3$.**

Для приготовления раствора пипеткой отмеряют 5 см$^3$ основного раствора по 4.6 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, объем содержимого колбы доводят до метки водой, полученный раствор перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр по 5.4. Раствор готовят в день проведения испытания. Не допускается использовать помутневший раствор.

**4.8 Нитрат-ион, градуировочный раствор II массовой концентрации $\rho(NO_3) = 5$ мкг/см$^3$.**

Для приготовления раствора пипеткой отмеряют 5 см$^3$ основного раствора по 4.6 и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, объем со-

держимого колбы доводят до метки водой, полученный раствор перемешивают и фильтруют через мембранный фильтр по 5.4. Раствор готовят в день проведения испытания.

**4.9 Натрий углекислый, натрий двууглекислый, смешанный раствор**

Для приготовления раствора порции углекислого натрия ($Na_2CO_3$) массой 29,676 г и двууглекислого натрия ($NaHCO_3$) массой 18,482 г, измеренной с точностью до 1 мг, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, объем раствора в колбе доводят водой до метки. Получают раствор молярной концентрации карбоната натрия 0,28 моль/$дм^3$ и бикарбоната натрия молярной концентрации 0,22 моль/$дм^3$. Срок годности раствора 2 мес при хранении при 4 °С.

**4.10 Подвижная фаза для ИХ**

Для приготовления подвижной фазы для ИХ пипеткой отмеряют 50 $см^3$ смешанного раствора карбоната натрия и бикарбоната натрия по 4.9 и помещают в мерную колбу вместимостью 5 $дм^3$, объем содержимого колбы доводят до метки водой, полученный раствор перемешивают. Молярная концентрация карбоната натрия и бикарбоната натрия в полученном растворе составляет соответственно 0,0028 моль/$дм^3$ и 0,0022 моль/$дм^3$.

**4.11 Подвижная фаза для ВЭЖХ**

Для приготовления подвижной фазы для ВЭЖХ 10 г двухзамещенного фосфата калия ($K_2HPO_4$) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. В колбу вносят 50 $см^3$ ацетонитрила, объем содержимого колбы доводят до метки водой, содержимое колбы перемешивают. Значение pH полученного раствора доводят до 3,0 добавлением раствора ортофосфорной кислоты массовой долей 85 %. Полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр по 5.4.

**5 Приборы и оборудование**

При проведении испытания используют обычные лабораторные прибо-

ры и оборудование, в частности, перечисленные ниже:

5.1 Измельчитель лабораторный.

5.2 Гомогенизатор.

5.3 Фильтры бумажные.

5.4 Фильтры мембранные для водных растворов диаметром пор 0,45 мкм.

5.5 Держатель для мембранных фильтров с подходящим шприцом.

5.6 Колонки для твердофазной экстракции, заполненные обращенно-фазовым сорбентом типа RP $C_{18}$.

5.7 Оборудование для ионной хроматографии, включающее в себя перечисленные ниже позиции:

5.7.1 Система для ионной хроматографии, состоящая из резервуара для подвижной фазы, насоса, инжектора, кондуктометрического или спектрофотометрического детектора, пригодного для измерений в ультрафиолетовой области спектра, и системы обработки данных, например, интегратора с печатающим устройством.

5.7.2 Колонка аналитическая, заполненная анионообменным сорбентом малой ёмкости, например, Dionex Ion Pac® AS 4A или Dionex Ion Pac® AS 4[1)], снабженная мембранным устройством подавления фоновой электропроводности и защитной колонкой, обеспечивающая отделение пика нитрат-иона от других пиков на уровне базовой линии (величина фактора разделения res = 1,3)

Фактор разделения пиков A и B res рассчитывают по формуле

$$res = 1{,}18\frac{t_{R(B)} - t_{R(A)}}{W_{0,5(A)} + W_{0,5(B)}}, \qquad (1)$$

где $t_{R(A)}$ – время удерживания пика A;

$t_{R(B)}$ – время удерживания пика B;

$W_{0,5(A)}$ – ширина пика A на половине его высоты;

---

[1)] Dionex Ion Pac® AS 4A и Dionex Ion Pac® AS 4 – примеры подходящих изделий, доступных для приобретения. Эта информация дана для удобства применения настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой CEN данных изделий.

$W_{0,5(B)}$ – ширина пика В на половине его высоты;

5.8 Оборудование для ВЭЖХ, включающее:

5.8.1 Хроматограф жидкостный, состоящий из резервуара для подвижной фазы, насоса высокого давления, инжектора, спектрофотометрического детектора, пригодного для измерений в ультрафиолетовой области спектра и системы обработки данных, например, интегратора с печатающим устройством.

5.8.2 Колонка аналитическая, заполненная сорбентом средней полярности с привитыми аминопропильными группами диаметром частиц от 5 мкм до 10 мкм, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, снабженная защитной колонкой, заполненной тем же сорбентом, например, Lichrosorb $NH_2$®[1)].

## 6 Процедура проведения испытания

### 6.1 Подготовка пробы

#### 6.1.1 Твердые пробы (например, листовые овощи)

Из представительной пробы по возможности удаляют посторонние примеси (почву, загрязнения и пр.). Пробу измельчают с помощью лабораторного измельчителя по 5.1 и гомогенизируют с помощью гомогенизатора по 5.2.

Примечание – Если подготовка пробы предполагает её мойку, следует иметь в виду, что на пробах продуктов с большой площадью поверхности может остаться вода в количестве, способном существенно увеличить массу пробы.

#### 6.1.2 Жидкие пробы (например, овощные соки)

Представительную пробу тщательно перемешивают до достижения гомогенного состояния.

#### 6.1.3 Пастообразные продукты (например, овощное пюре)

Представительную пробу тщательно перемешивают, например, с помощью гомогенизатора, до достижения гомогенного состояния.

---

[1)] Lichrosorb $NH_2$® – пример подходящего изделия, доступного для приобретения. Эта информация дана для удобства применения настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой CEN данного изделия

### 6.2 Экстракция

#### 6.2.1 Твердые пробы

Из пробы, подготовленной по 6.1.1, отбирают пробу для анализа массой не менее 10 г, соответствующей массе нитратов в ней около 15 мг, исходя из предполагаемого содержания их в пробе. Пробу для анализа помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$. В колбу вносят около 400 $см^3$ горячей воды, после чего колбу выдерживают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. После охлаждения до комнатной температуры полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, объем содержимого колбы доводят водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр по 5.3, не содержащий нитратов. Полученный раствор пробы подвергают очистке по 6.3.

#### 6.2.2 Жидкие пробы

Пробу для анализа, подготовленную по 6.1.2, подвергают очистке по 6.3 без предварительного разбавления, либо предварительно разбавив водой так, чтобы массовая концентрация нитратов в растворе пробы составляла около 25 $мг/дм^3$.

#### 6.2.3 Пастообразные продукты

Из пробы, подготовленной по 6.1.3, отбирают пробу для анализа массой не менее 10 г, соответствующей массе нитратов в ней около 15 мг, исходя из предполагаемого содержания их в пробе. Пробу для анализа помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$. В колбу вносят около 400 $см^3$ горячей воды, после чего колбу выдерживают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. После охлаждения до комнатной температуры полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, объем содержимого колбы доводят водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр по 5.3, не содержащий нитратов. При необходимости полученный раствор пробы подвергают очистке по 6.3.

Примечание – При необходимости при испытании проб с низким содержанием нитратов используют другое соотношение массы пробы для анализа и объема разбавления раствора пробы, чем то, что указано в п.п. 6.2.1 – 6.2.3.

**6.3 Приготовление раствора пробы для хроматографического анализа**

**6.3.1 Общие положения**

Раствор пробы подвергают очистке одним из приведенных ниже способов с целью предохранения аналитической колонки от повреждений и удаления компонентов матрицы, мешающих определению.

**6.3.2 Способ 1**

Аликвоту раствора пробы, приготовленного по 6.2.1 – 6.2.3, объемом 40 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. В колбу пипеткой добавляют 2 $см^3$ раствора Карреза I по 4.4. Содержимое колбы перемешивают, после чего в колбу добавляют 2 $см^3$ раствора Карреза II по 4.5. Объем содержимого колбы доводят до метки водой, содержимое колбы перемешивают. Полученный раствор фильтруют через складчатый фильтр по 5.3, затем через мембранный фильтр по 5.4, фильтрат используют для хроматографического анализа по 6.5.2 или 6.5.4.

**6.3.3 Способ 2**

Перед проведением очистки колонку для твердофазной экстракции по 5.6 кондиционируют, для чего через неё пропускают 2 $см^3$ метанола по 4.1, затем 5 $см^3$ воды. Далее через колонку с помощью шприца по 5.5 пропускают 10 $см^3$ раствора пробы, приготовленного по 6.2.1 – 6.2.3, порциями объемом 2 $см^3$ и 8 $см^3$. Первую порцию элюата (2 $см^3$) отбрасывают, остаток фильтруют через мембранный фильтр. Полученный раствор используют для хроматографического анализа по 6.5.2 или 6.5.4.

**6.4 Построение градуировочного графика**

Готовят градуировочные растворы нитрат-иона в подходящем диапазоне массовых концентраций. Градуировочный график строят по результатам анализа не менее трех градуировочных растворов и одного холостого раствора. Объемы инжекции градуировочных растворов и раствора пробы должны быть одинаковы. Градуировочный график проверяют на соответствие требованиям линейности.

**6.5 Количественное определение**

**6.5.1 Условия хроматографического анализа методом ИХ**

При использовании колонки по 5.7.2 применяют следующие условия хроматографического анализа:

Состав подвижной фазы – по 4.10.

Реактив для регенерации мембраны устройства для подавления фоновой электропроводности – раствор серной кислоты по 4.3 молярной концентрации $c(H_2SO_4) = 0{,}0125$ моль/дм$^3$.

Объем инжекции анализируемых растворов – 50 мм$^3$.

**6.5.2 Количественный анализ методом ИХ**

Пик нитрат-иона на хроматограмме раствора пробы, приготовленного по 6.3.2 или 6.3.3, идентифицируют по совпадению его времени удерживания со временем удерживания пика на хроматограмме градуировочного раствора по 4.7. Количественное определение проводят путем сопоставления высоты или площади пика нитрат-иона на хроматограмме раствора пробы с соответственно высотой или площадью пиков нитрата на хроматограммах градуировочных растворов. Рекомендуется использовать для количественного определения градуировочный график по 6.4, построенный по результатам анализа не менее четырех градуировочных растворов различных массовых концентраций нитрат-иона. Если высота или площадь пика нитрат-иона на хроматограмме раствора пробы превышает верхнюю границу диапазона градуировки, раствор пробы разбавляют и проводят его повторный хроматографический анализ. По градуировочному графику определяют массовую концентрацию нитрат-иона в растворе пробы.

**6.5.3 Условия хроматографического анализа методом ВЭЖХ**

При использовании колонки по 5.8.2 применяют следующие условия хроматографического анализа:

Состав подвижной фазы – по 4.11.

Объем инжекции анализируемых растворов – 20 мм$^3$.

Рабочая длина волны спектрофотометрического детектора – 205 нм.

**6.5.4 Количественный анализ методом ВЭЖХ**

Количественный анализ методом ВЭЖХ проводят аналогично процедуре, описанной в 6.5.2.

## 7 Обработка результатов

Содержание нитратов в пробе, $w$, мг/кг или мг/дм$^3$, рассчитывают по формуле

$$w = \frac{xF_1F_2 1000}{m}, \qquad (2)$$

где $x$ – массовая концентрация нитрат-иона в растворе пробы для анализа, найденная по градуировочному графику, мг/дм$^3$;

$F_1$ – коэффициент кратности разбавления раствора пробы при очистке экстракта (при очистке экстракта методом твердофазной экстракции $F_1 = 1$, при очистке экстракта растворами Карреза $F_1 = 1{,}25$);

$F_2$ – коэффициент кратности разбавления раствора пробы, если таковое имело место после очистки экстракта;

$m$ – количество пробы для анализа, г или см$^3$, содержащееся в 1 дм$^3$ раствора пробы (при испытании жидких проб с низким содержанием нитратов без предварительного разбавления $m = 1000$);

Результат испытания выражают как содержание нитратов в миллиграммах на килограмм или в миллиграммах на кубический дециметр числом, округленным до целого значения.

## 8 Прецизионность

### 8.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении В. 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.

### 8.2 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 $r$ более чем в 5 % случаев.

Пределы повторяемости равны следующим значениям:

для шпината при $\bar{x} = 2899$ мг/кг $r = 90$ мг/кг;

для сока красной свеклы при $\bar{x} = 1163$ мг/дм$^3$ $r = 47$ мг/дм$^3$;

для пюре шпината при $\bar{x} = 98$ мг/кг $r = 5$ мг/кг;

для пюре шпината при $\bar{x} = 197$ мг/кг $r = 14$ мг/кг;

для морковного пюре при $\bar{x} = 76$ мг/кг $r = 5$ мг/кг;

для морковного пюре при $\bar{x} = 62$ мг/кг $r = 6$ мг/кг;

**8.3 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 $R$ более чем в 5 % случаев.

Пределы воспроизводимости равны следующим значениям:

для шпината при $\bar{x} = 2899$ мг/кг $R = 248$ мг/кг;

для сока красной свеклы при $\bar{x} = 1163$ мг/дм$^3$ $R = 97$ мг/дм$^3$;

для пюре шпината при $\bar{x} = 98$ мг/кг $R = 26$ мг/кг;

для пюре шпината при $\bar{x} = 197$ мг/кг $R = 22$ мг/кг;

для морковного пюре при $\bar{x} = 76$ мг/кг $R = 11$мг/кг;

для морковного пюре при $\bar{x} = 62$ мг/кг $R = 10$ мг/кг;

**9 Протокол испытаний**

Протокол испытаний должен содержать как минимум сведения, предусмотренные в EN 12014-1: 1997

## Приложение А

## (справочное)

## Типичные хроматограммы

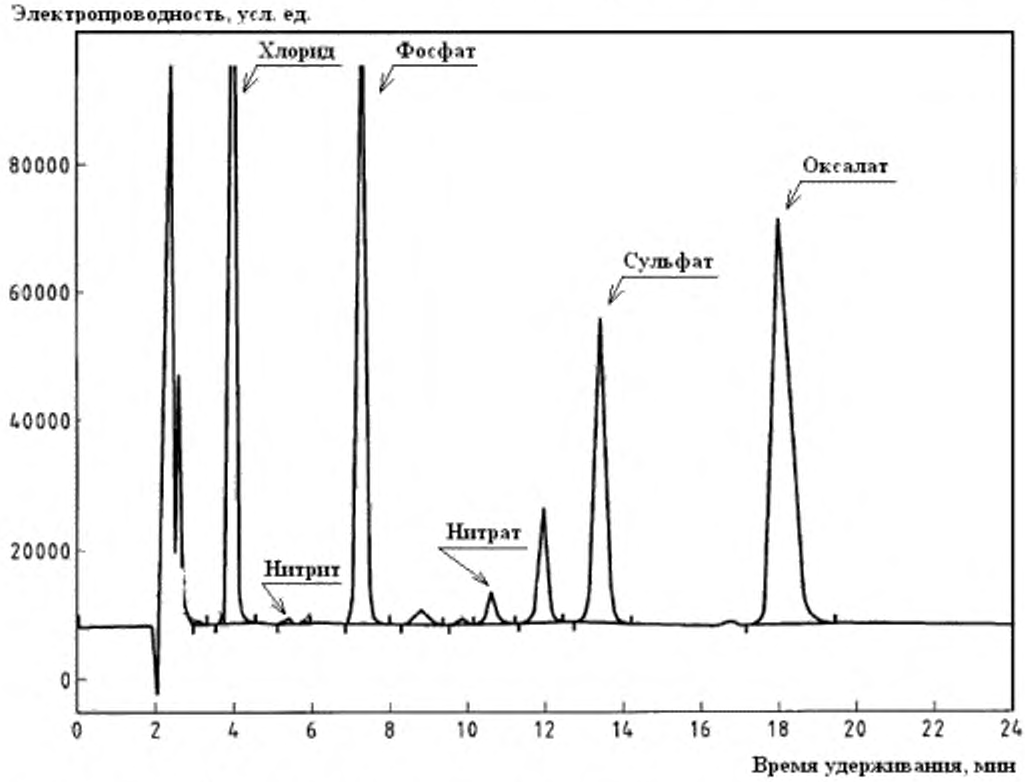



Рисунок А.1 – Хроматограмма экстракта из шпината, полученная с применением детектирования по электропроводности

Условия хроматографического анализа:
Хроматограф – 2000 ISP Dionex®[1)]
Аналитические колонки – IonPac® AS4 A и IonPac® AS4[1)] длиной 250 мм, внутренним диаметром 4 мм
Защитная колонка – IonPac® AG4[1)] A длиной 50 мм, внутренним диаметром 4 мм
Подвижная фаза– смешанный раствор карбоната натрия молярной концентрации $c(Na_2CO_3) = 0{,}0028$ моль/дм$^3$ и бикарбоната натрия молярной концентрации $c(NaHCO_3) = 0{,}0022$ моль/дм$^3$
Скорость подачи подвижной фазы – 1,4 см$^3$/мин
Объем инжекции – 50 мм$^3$
Содержание нитрата в пробе – 59,4 мг/кг

---

[1)] 2000 ISP Dionex®, IonPac® AS4 A, IonPac® AS4 и IonPac® AG4 – торговые наименования доступных для приобретения изделий, производимых фирмой Dionex. Данная информация приведена для удобства применения настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой CEN данных изделий.

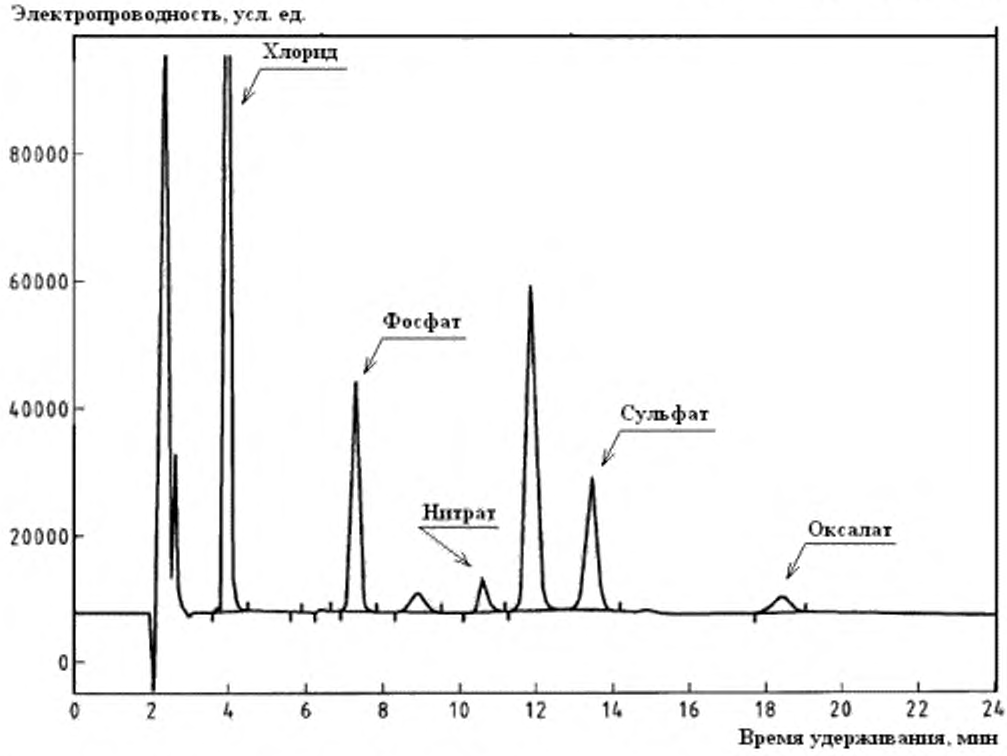



Рисунок А.2 –Хроматограмма экстракта из моркови, полученная с применением детектирования по электропроводности

Условия хроматографического анализа:
Хроматограф – 2000 ISP Dionex®[1)]
Аналитические колонки – IonPac® AS4 A и IonPac® AS4[1)]
Длина колонки – 250 мм
Защитная колонка – IonPac® AG4[1)] А длиной 50 мм, внутренним диаметром 4 мм
Подвижная фаза– смешанный раствор карбоната натрия молярной концентрации $c(Na_2CO_3) = 0{,}0028$ моль/дм$^3$ и бикарбоната натрия молярной концентрации $c(NaHCO_3) = 0{,}0022$ моль/дм$^3$
Скорость подачи подвижной фазы – 1,4 см$^3$/мин
Объем инжекции – 50 мм$^3$
Содержание нитрата в пробе – 74,9 мг/кг

[1)] 2000 ISP Dionex®, IonPac® AS4 A, IonPac® AS4 и IonPac® AG4 – торговые наименования доступных для приобретения изделий, производимых фирмой Dionex. Данная информация приведена для удобства применения настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой CEN данных изделий.

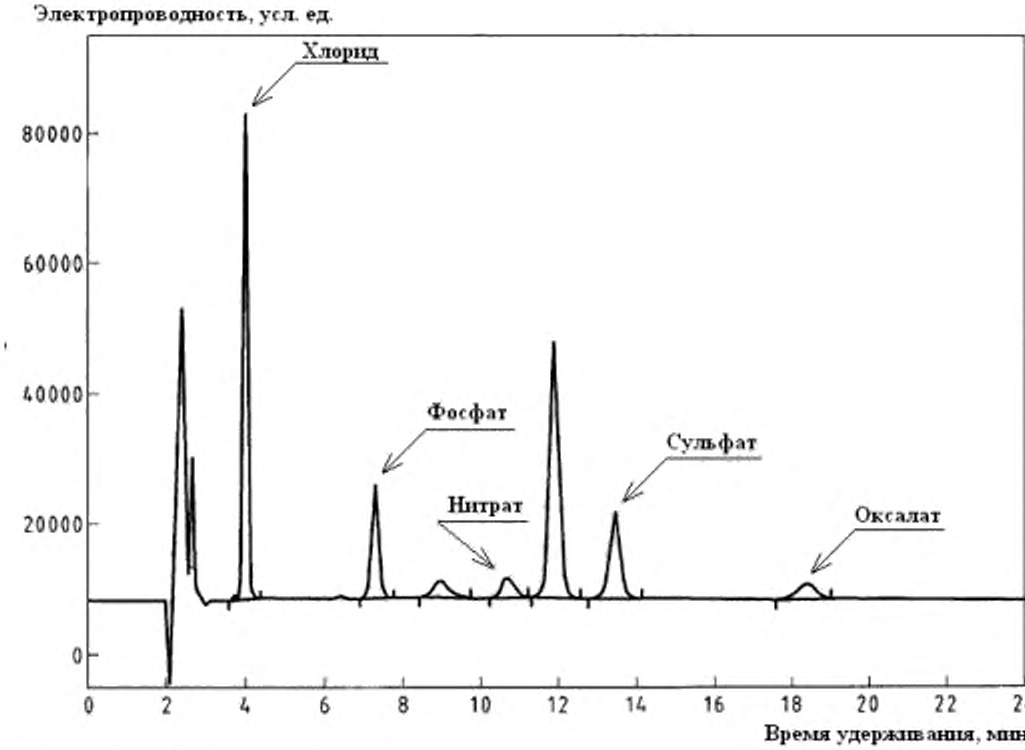



Рисунок А.3 – Хроматограмма экстракта из ранней моркови, полученная с применением детектирования по электропроводности

Условия хроматографического анализа:
Хроматограф – 2000 ISP Dionex®[1)]
Аналитические колонки – IonPac® AS4 A и IonPac® AS4[1)]
Длина колонки – 250 мм
Защитная колонка – IonPac® AG4[1)] А длиной 50 мм, внутренним диаметром 4 мм
Подвижная фаза– смешанный раствор карбоната натрия молярной концентрации $c(Na_2CO_3) = 0{,}0028$ моль/дм$^3$ и бикарбоната натрия молярной концентрации $c(NaHCO_3) = 0{,}0022$ моль/дм$^3$
Скорость подачи подвижной фазы – 1,4 см$^3$/мин
Объем инжекции – 50 мм$^3$
Содержание нитрата в пробе – 38,1 мг/кг

[1)] 2000 ISP Dionex®, IonPac® AS4 A, IonPac® AS4 и IonPac® AG4 – торговые наименования доступных для приобретения изделий, производимых фирмой Dionex. Данная информация приведена для удобства применения настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой CEN данных изделий.

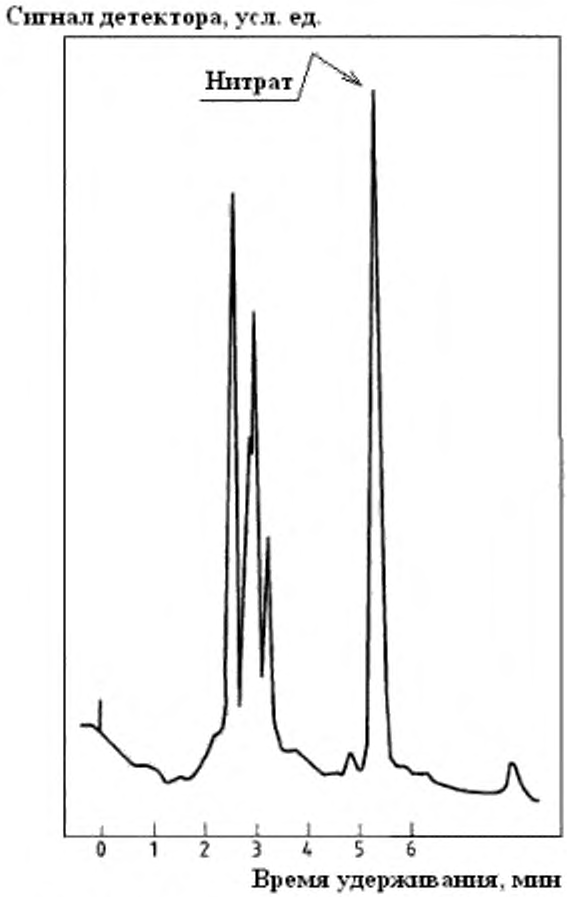



Рисунок А.4 – Хроматограмма экстракта из кольраби, полученная методом ВЭЖХ

Условия хроматографического анализа:

Аналитические колонка – Lichrosorb $NH_2$® диаметром частиц сорбента 10 мкм, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм

Подвижная фаза – раствор однозамещенного фосфата калия массовой концентрации $\rho(KH_2PO_4) = 10$ г/дм$^3$ с добавлением ортофосфорной кислоты до pH 3,0

Скорость подачи подвижной фазы – 1,0 см$^3$/мин

Рабочая длина волны спектрофотометрического детектора – 205 нм

Объем инжекции – 20 мм$^3$

Массовая концентрация нитрат-иона в анализируемом растворе – 1,9 мг/дм$^3$

## Приложение В

## (справочное)

## Данные по прецизионности методики

Приведенные ниже данные по прецизионности методики получены в результате межлабораторных испытаний [1], проведенных в соответствии с ISO 5725:1986 [2]. Испытания проведены под руководством отделения пищевой химии Института Макса фон Петтенкофера Федеральной службы здравоохранения (Берлин, ФРГ).

Таблица В.1 – Данные по прецизионности методики

| Наименование показателя | Шпинат | Сок красной свеклы | Пюре шпината | | Морковное пюре | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Год проведения испытаний | 1989 | 1989 | 1988 | 1988 | 1988 | 1988 |
| Количество проб | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Количество лабораторий-участников | 9 | 9 | 6 | 6 | 8 | 6 |
| Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов | 8 | 7 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Количество выбросов (лабораторий) | 1 | 2 | 0 | 2 | 2 | 0 |
| Число принятых результатов | 65 | 50 | 56 | 54 | 55 | 56 |
| Среднее значение $\bar{x}$ | 2899 мг/кг | 1163 мг/дм$^3$ | 197 мг/кг | 96 мг/кг | 76 мг/кг | 62 мг/кг |
| Стандартное отклонение повторяемости $s_r$ | 32 | 17 | 5 | 1,8 | 1,8 | 2,1 |
| Относительное стандартное отклонение повторяемости | 1,1 % | 1,4 % | 2,5 % | 1,8 % | 2,4 % | 3,5 % |
| Предел повторяемости $r$ ($r = 2{,}8\ s_r$) | 90 мг/кг | 47 мг/дм$^3$ | 14 мг/кг | 5 мг/кг | 5 мг/кг | 6 мг/кг |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $s_R$, | 88 мг/кг | 34 мг/дм$^3$ | 7,9 мг/кг | 9,3 мг/кг | 3,9 мг/кг | 3,6 мг/кг |
| Относительное стандартное отклонение воспроизводимости | 3,1 % | 3,0 % | 4.0 % | 9,5 % | 5,2 % | 5,8 % |
| Предел воспроизводимости $R$ ($R = 2{,}8\ s_R$) | 248 мг/кг | 97 мг/дм$^3$ | 22 мг/кг | 26 мг/кг | 11 мг/кг | 10 мг/кг |

## Приложение ДА

## (справочное)

## Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
|---|---|---|
| EN 12014–1 Продукты пищевые. Определение содержания нитрата и/или нитрита. Часть 1. Общие положения | – | * |
| EN ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний | – | * |

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального стандарта.

## Библиография

[1] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Nitrat in Gemueseerzeugnissen: L 26.00-1, 1989-12 und Bestimmung von Nitrat in Gemuesebrei fuer Sauglinge und Kleinkinder: L 48.03.05-2, 1992-12. In Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenstaenden / Bundesgesundheitsamt Loseblattausgabe, Stand Aug. 1993 Bd 1 Berlin, Koeln, Beuth Verlag GmbH

[2] ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

УДК 664:543.544.5.068.7:006.354 МКС 67.080.20 IDT

Ключевые слова: продукты пищевые, овощи и продукты их переработки, определение нитрата, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии, метод ионной хроматографии

gost.e-ecolog.ru