МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 12014-3–2015

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение содержания нитрата и/или нитрита

Часть 3

Спектрофотометрический метод определения содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах с применением ферментативного восстановления нитрата до нитрита

(EN 12014-3:2005, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и 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 Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-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
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 29 июля 2015 г. № 1010-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 12014-3-2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 12014-3:2005 Foodstuffs – Determination of nitrate and/or nitrite content – Part 3: Spectrometric determination of nitrate and nitrite content of meat products after enzymatic reduction of nitrate to nitrite (Продукты пищевые. Определение содержания нитрата и/или нитрита. Часть 3. Спектрофотометрический метод определения содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах с применением ферментативного восстановления нитрата до нитрита)

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

Перевод с немецкого языка (de).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейского регионального стандарта, на который дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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, 2015

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) Данные по прецизионности методики
Библиография
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение содержания нитрата и/или нитрита

Часть 3

Спектрофотометрический метод определения содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах с применением ферментативного восстановления нитрата до нитрита

Foodstuffs. Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 3. Spectrophotometric determination of nitrate and nitrite content of meat products after enzymatic reduction of nitrate to nitrite

Дата введения – 2017–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения содержания нитрата и нитрита в мясных продуктах. Метод прошел валидацию путем межлабораторных испытаний различных мясных продуктов с содержанием (массовой долей) нитрита от 9 до 22 мг/кг (млн$^{-1}$) в пересчете на нитрит натрия и с содержанием (массовой долей) нитрата от 23 до 48 мг/кг (млн$^{-1}$) в пересчете на нитрат натрия.

Примечание – Дополнительно экспериментально установлена применимость метода при суммарном содержании (массовой доле) в пробе нитрата и нитрита от 5 мг/кг (млн$^{-1}$) до 125 мг/кг (млн$^{-1}$) в пересчете на нитрит натрия. Подробная информация о применимости метода содержится в [1].

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированной ссылки применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

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

Определение нитрита основано на реакции нитрита в водном экстракте из пробы с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)-этилендиаминдигидрохлоридом с образованием соединения красного цвета и спектрофотометрическом измерении интенсивности окраски раствора при длине волны 540 нм [2].

Определение нитрата основано на восстановлении нитрата в водном экстракте из пробы до нитрита ферментом нитратредуктазой с последующим проведением таким же образом реакции с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)-этилендиаминдигидрохлоридом, в которой участвуют как нитрит, образовавшийся при восстановлении нитрата, так и нативный нитрит пробы. Интенсивность окраски раствора образовавшегося красного соединения измеряют спектрофотометрически при длине волны 540 нм. Содержание нитрата в пробе находят по разнице результатов спектрофотометрических измерений.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

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

4.2 Натрия гидроксид, раствор молярной концентрации $c(NaOH)$ = 1 моль/дм^3.

4.3 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 раствора доводят до 1000 см^3 водой, раствор тщательно перемешивают. Полученный раствор хранят в сосуде из темного стекла. Срок годности раствора – 2 мес.

4.4 Раствор Карреза II

Для приготовления раствора 230 г уксуснокислого цинка ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) растворяют в некотором количестве воды, объем раствора доводят до 1000 см^3 водой.

4.5 Реактивы для ферментативного определения нитрата[1)]

4.5.1 Буферный раствор на основе имидазола с pH 7,8

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют 0,68 г имидазола ($C_3H_4N_2$) в 80 см^3 воды. Значение pH раствора доводят до 7,8 добавлением раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl) = 2$ моль/дм^3, после чего объем раствора доводят до 100 см^3 водой.

4.5.2 Раствор тетранатриевой соли бета-никотинамидадениндинуклеотидфосфата в восстановленной форме (β-НАДФН·Na_4, массовая доля основного вещества – не менее 98 %)

Растворяют 125 мг восстановленного β-никотинамидадениндинуклеотидфосфата и 2,5 мг динатриевой соли флавинадениндинуклеотида с массовой долей основного вещества не менее 88 % в 50 см^3 буферного раствора имидазола по 4.5.1. Раствор используют свежеприготовленным

4.5.3 Буферный раствор нитратредуктазы

Для приготовления раствора 11 мг лиофилизата нитратредуктазы из грибов рода *Aspergillus* (номер Комиссии по ферментам (ЕС) 1.6.6.2) активностью примерно 0,4 Е/мг[2)] растворяют в 10 см^3 буферного раствора на основе имидазола по 4.5.1. В раствор добавляют 50 мг динатриевой соли дигидрата этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Срок годности раствора – 14 сут при температуре хранения 4 °С.

4.6 Реактивы для проведения цветной реакции

[1)] Комплект для ферментативного определения нитрата и нитрита изготовляет компания Boehringer Mannheim/Roche Diagnostics, Mannheim, дистрибьютором которой является компания R-Biopharm, Дармштадт, Германия. Данная информация приведена исключительно для удобства применения настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой МГС указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия при условии, что они обеспечивают сопоставимость результатов.

[2)] Обозначение международной (стандартной) единицы активности, определяемой как количество фермента, катализирующее преобразование 1 мкмоль субстрата за минуту в заданных условиях.

4.6.1 Реактив 1

Реактив готовят растворением 8 г сульфаниламида в 500 $см^3$ воды при нагревании на водяной бане по 5.3. Раствор охлаждают до комнатной температуры и при необходимости фильтруют, после чего в него добавляют 330 $см^3$ соляной кислоты по 4.9 при постоянном перемешивании. Объем раствора доводят до 1000 $см^3$ водой. Раствор стабилен в течение нескольких недель при хранении при комнатной температуре.

4.6.2 Реактив 2

0,330 г N-(1-нафтил)-этилендиаминдигидрохлорида растворяют в 250 $см^3$ воды. Срок годности раствора – 1 неделя при хранении в сосуде из темного стекла.

4.6.3 Смешанный реактив для цветной реакции

Смешанный реактив для цветной реакции готовят в день проведения испытаний в необходимом количестве путем смешивания равных объемов реактива 1 по 4.6.1 и реактива 2 по 4.6.2.

4.7 Растворы нитрита натрия

4.7.1 Общие положения

Рекомендуется готовить растворы нитрита натрия в день их использования.

4.7.2 Основной раствор нитрита натрия массовой концентрации $\rho(NaNO_2) = 400$ мг/$дм^3$

Порцию нитрита натрия массой 200 мг, взвешенной с погрешностью ± 0,1 мг, растворяют в некотором количестве воды в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$, объем содержимого в колбе доводят водой до метки.

Срок годности основного раствора при температуре хранения 4 °С – 2 недели.

4.7.3 Разбавленный основной раствор нитрита натрия массовой концентрации $\rho(NaNO_2) = 20$ мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ пипеткой вносят 25 $см^3$ основного

раствора нитрита калия по 4.7.2, объем содержимого в колбе доводят водой до метки.

4.7.4 Градуировочные растворы нитрита натрия

В мерные колбы вместимостью 200 см^3 пипеткой вносят 10, 20, 30 и 40 см^3 разбавленного основного раствора нитрита натрия по 4.7.3, что соответствует 0,13; 0,27; 0,40 и 0,53 мг нитрит-иона. К растворам добавляют раствор гидроксида натрия по 4.2 до получения значения pH в интервале от 8,0 до 8,5 (значение pH измеряют с использованием pH-метра по 5.5). Далее в колбы последовательно вносят по 4 см^3 растворов Карреза 1 по 4.3 и Карреза 2 по 4.4, перемешивая содержимое колб после каждого внесения, после чего объем содержимого в колбах доводят водой до метки, содержимое колб перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр по 5.4, отбрасывая первые 20 см^3 фильтрата.

4.8 Растворы нитрата калия

4.8.1 Общие положения

Рекомендуется готовить градуировочные растворы нитрата калия в день их использования.

4.8.2 Основной раствор нитрата калия массовой концентрации $\rho(KNO_3) = 600$ мг/дм^3

Порцию нитрата калия массой 300 мг, взвешенной с погрешностью ± 0,1 мг, растворяют в некотором количестве воды в мерной колбе вместимостью 500 см^3, объем содержимого в колбе доводят водой до метки.

4.8.3 Разбавленный основной раствор нитрата калия массовой концентрации $\rho(KNO_3) = 30$ мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 основного раствора нитрата калия по 4.8.2, объем содержимого в колбе доводят водой до метки.

4.8.4 Градуировочные растворы нитрата калия

В мерные колбы вместимостью 200 см^3 пипеткой вносят 10, 20, 30 и 40 см^3 разбавленного основного раствора нитрата калия по 4.8.3, что соответ-

ствует 0,14; 0,27; 0,41 и 0,55 мг нитрит-иона. К растворам добавляют раствор гидроксида натрия по 4.2 до получения значения pH в интервале от 8,0 до 8,5 (значение pH измеряют с использованием pH-метра). Далее в колбы последовательно вносят по 4 $см^3$ растворов Карреза 1 по 4.3 и Карреза 2 по 4.4, перемешивая содержимое колб после каждого внесения, после чего объем содержимого в колбах доводят водой до метки, содержимое колб перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр по 5.4, отбрасывая первые 20 $см^3$ фильтрата.

4.9 Кислота соляная концентрированная массовой долей 37 %, не содержащая нитрит-ионов.

5 Приборы и оборудование

5.1 Общие положения

При проведении испытания используют обычные лабораторные приборы и оборудование, в частности, перечисленные ниже.

5.2 Оборудование для гомогенизации проб, такое как измельчитель механический или электрический, обеспечивающий получение гомогенных проб, высокоскоростной гомогенизатор или мясорубка с решеткой с отверстиями диаметром не более 4,5 мм.

5.3 Баня водяная, пригодная для поддержания рабочей температуры 100 °С.

5.4 Фильтры бумажные складчатые, не содержащие нитрата и нитрита.

5.5 pH-метр в комплекте с измерительным электродом и электродом сравнения.

5.6 Спектрофотометр, пригодный для проведения измерений при длине волны 540 нм в комплекте с кварцевыми или полимерными кюветами, не обладающими значимой оптической плотностью при 540 нм.

6 Процедура проведения испытания

6.1 Приготовление раствора пробы для анализа

Пробу гомогенизируют с использованием подходящего оборудования по

5.2. При этом следует обращать внимание на то, чтобы температура пробы при гомогенизации не превышала 25 °С. При использовании мясорубки пробу пропускают через нее не менее двух раз.

Из гомогенизированной пробы отбирают пробу для анализа массой примерно 10 г, взвешенной с погрешностью ± 0,01 г, и помещают ее в широкогорлую коническую колбу. В колбу добавляют 50 см^3 воды, содержимое колбы гомогенизируют в течение 30 – 60 с. Диспергирующий элемент гомогенизатора ополаскивают примерно 50 см^3 горячей воды, смыв добавляют в колбу с пробой для анализа. Значение pH полученной смеси доводят до 8,0 – 8,5 по pH-метру добавлением раствора гидроксида натрия по 4.2, после чего полученную смесь выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане при периодическом перемешивании.

Примечание – При испытании сырокопченых колбас следует обращать внимание, чтобы значение pH экстракта не превышало 8,5. В противном случае, после добавления растворов Карреза будет затруднительно получить прозрачный фильтрат. При испытании вареных колбас вероятность такого эффекта мала, поэтому допускается, чтобы значение pH смеси достигало 9,5.

После охлаждения до комнатной температуры содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3. В колбу последовательно вносят по 4 см^3 растворов Карреза 1 по 4.3 и Карреза 2 по 4.4, перемешивая содержимое колбы после каждого внесения. Объем содержимого в мерной колбе доводят до метки водой, содержимое колбы перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр по 5.4, отбрасывая первые 20 см^3 фильтрата. Полученный затем прозрачный фильтрат используют в качестве раствора пробы для дальнейшего испытания.

6.2 Проведение градуировки

6.2.1 Построение градуировочного графика для определения нитрита

В пробирки вносят по 2,0 см^3 каждого градуировочного раствора нитрита натрия по 4.7.4, 1,0 см^3 воды и 3,0 см^3 смешанного реактива для цветной реакции по 4.6.3. Содержимое пробирок перемешивают и выдерживают в темноте при комнатной температуре 30 мин. По истечении указанного времени измеряют оптическую плотность каждого раствора на спектрофотометре по 5.6 при

длине волны 540 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Градуировочный график строят, откладывая в системе координат измеренные значения оптической плотности четырех растворов нитрита натрия по 4.7.4 против соответствующих им масс нитрит-иона в миллиграммах на 200 см^3 раствора.

6.2.2 Построение градуировочного графика для определения нитрата (определения нитрита после восстановления нитрата)

В пробирки вносят по 0,2 см^3 раствора β-НАДФН·Na_4 по 4.5.2, 2,0 см^3 каждого градуировочного раствора нитрата калия по 4.8.4 и 0,8 см^3 буферного раствора нитратредуктазы по 4.5.3. Содержимое пробирок перемешивают и выдерживают 1 ч при комнатной температуре. Затем в пробирки вносят по 3,0 см^3 смешанного реактива для цветной реакции по 4.6.3, содержимое пробирок перемешивают и выдерживают в темноте в течение 30 мин. По истечении указанного времени измеряют оптическую плотность каждого раствора на спектрофотометре по 5.6 при длине волны 540 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Градуировочный график строят, откладывая в системе координат измеренные значения оптической плотности четырех растворов нитрата калия по 4.8.4 после восстановления нитрата до нитрита против соответствующих им масс нитрит-иона в миллиграммах на 200 см^3 раствора.

6.3 Количественное определение нитрита

В кювету спектрофотометра вносят 2,0 см^3 раствора пробы по 6.1, 1,0 см^3 воды и 3,0 см^3 смешанного реактива для цветной реакции по 4.6.3. Содержимое кюветы перемешивают и выдерживают в темноте в течение 30 мин. По истечении указанного времени измеряют оптическую плотность полученного раствора A_{NO_2} на спектрофотометре по 5.6 при длине волны 540 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

6.4 Определение общего содержания нитрита после восстановления нитрата до нитрита

В кювету спектрофотометра вносят 0,2 см^3 раствора β-НАДФН·Na_4 по

4.5.2, 2,0 см^3 раствора пробы по 6.1 и 0,8 см^3 раствора нитратредуктазы по 4.5.3. Содержимое кюветы перемешивают и выдерживают 1 ч при комнатной температуре. Затем в кювету добавляют 3,0 см^3 смешанного реактива для цветной реакции по 4.6.3, содержимое кюветы перемешивают и выдерживают в темноте в течение 30 мин. По истечении указанного времени измеряют оптическую плотность полученного раствора $A_{\text{общий}\,NO_2}$ на спектрофотометре по 5.6 при длине волны 540 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

7 Обработка результатов

7.1 Расчет содержания нитрита

Абсолютное количество нитрита X_{NO_2}, соответствующее измеренному по 6.3 значению оптической плотности раствора пробы A_{NO_2} при проведении испытания без этапа ферментативного восстановления, определяют по градуировочному графику, построенному по 6.2.1.

Содержание (массовую долю) нитрита в пробе в расчете на нитрит натрия w_{NaNO_2}, мг/кг (млн$^{-1}$), рассчитывают по формуле

$$w_{NaNO_2} = \frac{X_{NO_2}\,1000}{m}\,1{,}50\ , \qquad (1)$$

где X_{NO_2} – масса нитрит-иона в 200 см^3 раствора пробы при проведении испытания без восстановления нитрата до нитрита, определенная по градуировочному графику по 6.2.1, мг;

m – масса пробы для анализа, использованной для приготовления раствора пробы объемом 200 см^3, г;

1,50 – коэффициент k пересчета содержания нитрит-иона в содержание нитрита натрия ($k = 68{,}995/46{,}005$).

Результат испытания округляют до целого числа.

7.2 Расчет содержания нитрата

Абсолютное количество нитрита после восстановления нитрата до нитрита

$X_{\text{общий}NO_2}$, соответствующее измеренному по 6.4 значению оптической плотности раствора пробы, определяют по градуировочному графику, построенному по 6.2.2. Содержание нитрата в расчете на нитрат натрия определяют по разнице между общим содержанием нитрита после восстановления нитрата до нитрита, определенным по 6.4, и содержанием нативного нитрита, определенным по 6.3.

Содержание (массовую долю) нитрата в пробе в расчете на нитрат натрия w_{NaNO_3}, мг/кг (млн$^{-1}$), рассчитывают по формуле

$$w_{NaNO_3} = \frac{(X_{\text{общий}NO_2} - X_{NO_2})1000}{m} 1{,}85 \ , \qquad (2)$$

где $X_{\text{общий}NO_2}$ – масса нитрит-иона в 200 см^3 раствора пробы при проведении испытания с восстановлением нитрата до нитрита, определенная по градуировочному графику по 6.2.2, мг;

X_{NO_2} – масса нитрит-иона в 200 см^3 раствора пробы при проведении испытания без восстановления нитрата до нитрита, определенная по градуировочному графику по 6.2.1, мг;

m – масса пробы для анализа, г;

1,85 – коэффициент k пересчета содержания нитрит-иона в содержание нитрата натрия (k=84,994/46,005).

Результат испытания округляют до целого числа.

7.3 Использование градуировочной характеристики, найденной методом линейной регрессии

В качестве альтернативы допускается использовать в расчетах градуировочную функцию, установленную методом линейной регрессии.

8 Прецизионность

8.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности методики приведены в приложении А. Значения метрологических харак-

теристик, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть неприменимы к другим содержаниям аналита и другим типам матриц, чем те, что указаны в приложении А.

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 при определении нитрита натрия равны следующим значениям

- для вареной колбасы к пиву с добавлением окорока при $\bar{x} = 21{,}9$ мг/кг (млн$^{-1}$) $r = 3{,}5$ мг/кг (млн$^{-1}$);

- для венских сосисок при $\bar{x} = 9{,}2$ мг/кг (млн$^{-1}$) $r = 1{,}7$ мг/кг (млн$^{-1}$).

Пределы повторяемости при определении нитрата натрия равны следующим значениям:

- для вареной колбасы к пиву с добавлением окорока при $\bar{x} = 46{,}5$ мг/кг (млн$^{-1}$) $r = 8{,}8$ мг/кг (млн$^{-1}$);

- для сырокопченого окорока при $\bar{x} = 48{,}1$ мг/кг (млн$^{-1}$) $r = 10{,}7$ мг/кг (млн$^{-1}$);

- для венских сосисок при $\bar{x} = 22{,}9$ мг/кг (млн$^{-1}$) $r = 2{,}8$ мг/кг (млн$^{-1}$).

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 при определении нитрита натрия равны следующим значениям:

- для вареной колбасы к пиву с добавлением окорока при $\bar{x} = 21{,}9$ мг/кг (млн$^{-1}$) $R = 5{,}9$ мг/кг (млн$^{-1}$);

- для венских сосисок при $\bar{x} = 9{,}2$ мг/кг (млн$^{-1}$) $R = 3{,}7$ мг/кг (млн$^{-1}$).

Пределы повторяемости при определении нитрата натрия равны следующим значениям:

- для вареной колбасы к пиву с добавлением окорока при $\bar{x} = 46{,}5$ мг/кг (млн$^{-1}$) $R = 11{,}9$ мг/кг (млн$^{-1}$);

- для сырокопченого окорока при $\bar{x} = 48{,}1$ мг/кг (млн$^{-1}$) $R = 14{,}0$ мг/кг (млн$^{-1}$);

- для венских сосисок при $\bar{x} = 22{,}9$ мг/кг (млн$^{-1}$) $R = 7{,}0$ мг/кг (млн$^{-1}$).

8.4 Предел количественного определения

При проведении испытания в соответствии с настоящим методом пределы количественного определения нитрита натрия и нитрата натрия составляют соответственно 1,4 и 3,6 мг/кг (млн$^{-1}$).

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

b) использованный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

c) результаты испытания с указанием единиц измерения;

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

e) дату поступления пробы в лабораторию;

f) дату проведения испытания;

g) сведения о том, была ли проведена оценка повторяемости;

h) все особенности, наблюдавшиеся при проведении испытания;

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

Приложение А
(справочное)
Данные по прецизионности методики

Приведенные ниже в таблицах А.1 и А.2 данные по прецизионности методики получены в результате межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с [3]. Испытания проведены под руководством Федерального института защиты здоровья потребителей и ветеринарной медицины, Берлин, ФРГ [1], [2].

Таблица А.1 – Данные по прецизионности методики при определении нитрита в расчете на нитрит натрия

Проба	Вареная колбаса к пиву с добавлением окорока	Сыро-копченый окорок	Венские сосиски
Год проведения испытаний	2002	2002	2002
Количество проб	1	1	1
Количество лабораторий-участников	13	13	12
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	13	13	12
Количество выбросов (лабораторий)	0	2	0
Число принятых результатов	68	63	60
Среднее значение $\bar{x}$, мг/кг (млн$^{-1}$)	21,9	23,0	9,2
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг (млн$^{-1}$)	1,2	1,9	0,6
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	5,7	8,1	6,5
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	3,5	5,3	1,7
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R мг/кг (млн$^{-1}$)	2,1	7,1	1,3
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R %	9,5	30,7	14,0
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	5,9	20,0	3,7
Индекс Горвица	0,9	3,1*	1,2
*Исходя из индекса Горвица, данные по прецизионности, полученные для высоких содержаний нитрита, признаны неприемлемыми и приведены только в качестве информационных данных.			

Таблица А.2 – Данные по прецизионности методики при определении нитрата в расчете на нитрат натрия

Проба	Вареная колбаса к пиву с добавлением окорока	Сыро-копченый окорок	Венские сосиски
Год проведения испытаний	2002	2002	2002
Количество проб	1	1	1
Количество лабораторий-участников	13	13	12
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	10	10	9
Количество выбросов (лабораторий)	0	0	1
Число принятых результатов	53	50	44
Среднее значение $\bar{x}$, мг/кг (млн$^{-1}$)	46,5	48,1	22,9
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг (млн$^{-1}$)	3,1	3,8	1,0
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	6,7	7,8	4,3
Предел повторяемости r, мг/кг (млн$^{-1}$)	8,8	10,7	2,8
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R мг/кг (млн$^{-1}$)	4,2	5,0	2,5
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R %	9,1	10,3	10,7
Предел воспроизводимости R, мг/кг (млн$^{-1}$)	11,9	14,0	7,0
Индекс Горвица	1,0	1,2	1,1

Библиография

[1] Arneth, W.; Herold, B.: Nitrat/Nitrit-Bestimmung in Wurstwaren nach enzymatischer Reduktion. Fleischwirtschaft, 1988, 68, No. 6, 761

[2] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung des Nitrit- und Nitratgehaltes in Wurstwaren nach enzymatischer Reduktion: L 08.00-14 1990-12; in: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit, Loseblattausgabe, Stand Aug. 1993, Bd. 1, Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH

[3] ISO 5725 (все части), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

[4] Horwitz W.: International coordination and validation of analytical methods: In Food Additives Contaminants, 1883, Vol. 10, No 1, 61 – 69

[5] EN 12014-1 Foodstuffs – Determination of nitrate and/or nitrite content. Part 1. General considerations

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
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. Перевод данного европейского регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

УДК 637.5:006.354 МКС 67.120.10 IDT

Ключевые слова: пищевые продукты, мясные продукты, определение содержания нитрата, определение содержания нитрита, спектрофотометрический метод, ферментативное восстановление, нитратредуктаза

gost.e-ecolog.ru