ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 14083-2012

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

**Определение следовых элементов.
Определение содержания свинца, кадмия, хрома и молибдена методом атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (GFAAS) после разложения под давлением**

ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ

**Вызначэнне следавых элементаў.
Вызначэнне змяшчэння свінцу, кадмію, хрому і малібдэну метадам атамна-абсарбцыйнай спектраметрыі ў графітавай печы (GFAAS) пасля разлажэння пад ціскам**

(EN 14083:2003, IDT)

Издание официальное

БЗ 9-2011



Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 664:543.421.06(083.74)(476) МКС 67.050 КП 06 IDT

Ключевые слова: продукты, следовые элементы, определение, свинец, кадмий, хром, молибден, оборудование, графитовая печь

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 мая 2012 г. № 26

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому 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 содержания свинца, кадмия, хрома и молибдена методом атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (GFAAS) после разложения под давлением).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы» Европейской организации по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и европейских стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на европейские стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2012

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура и оборудование 3
6 Методика 3
7 Расчет 4
8 Предел количественного определения 5
9 Точность результатов испытаний 5
10 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 7
Библиография 10
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам 11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Определение следовых элементов. Определение содержания свинца, кадмия, хрома и молибдена методом атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (GFAAS) после разложения под давлением

ПРОДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ
Вызначэнне следавых элементаў. Вызначзнне змяшчэння свінцу, кадмію, хрому і малібдэну метадам атамна-абсарбцыйнай спектраметрыі ў графітавай печы (GFAAS) пасля разлажэння пад ціскам

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

Дата введения 2013-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свинца, кадмия, хрома и молибдена в пищевых продуктах с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (GFAAS) после разложения под давлением.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN 13804:2002 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Критерии характеристик, общие оценки и подготовка образца

EN 13805:2002 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Разложение под давлением

3 Сущность метода

Элементы в исследуемом растворе определяют методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи (GFAAS) [1], [2], [4] после разложения под давлением в соответствии с EN 13805.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – При применении настоящего стандарта могут использоваться опасные материалы, операции и оборудование. Настоящий стандарт не охватывает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и установление ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Концентрация следовых элементов в используемых химических реактивах и воде должна быть достаточно низкой, чтобы не влиять на результаты определения.

Издание официальное

4.2 Соляная кислота, массовая доля не менее 25 %, плотность приблизительно $\rho(HCl)$ = 1,13 г/мл, пригодная для анализа следовых элементов.

4.3 Азотная кислота, массовая доля не менее 65 %, плотность приблизительно $\rho(HNO_3)$ = 1,4 г/мл, пригодная для анализа следовых элементов.

4.4 Стандартные растворы

Примечание – Стандартные растворы для свинца, кадмия, хрома и молибдена следует готовить из металлов или солей металлов. Также допускается использовать стандартные растворы, имеющиеся в продаже. Рекомендуется использовать сертифицированные стандартные растворы. Приготовление следующих стандартных растворов приводится в качестве примера.

4.4.1 Стандартный раствор свинца, с концентрацией свинца 1000 мг/л.

Растворяют 1,598 г нитрата свинца ($Pb(NO_3)_2$) в 1%-ной азотной кислоте (10 мл в соответствии с 4.3 разводят водой до 1000 мл) и доводят до объема 1000 мл 1%-ной азотной кислотой.

4.4.2 Стандартный раствор кадмия, с концентрацией кадмия 1000 мг/л.

Растворяют 1,000 г металла кадмия в минимальном количестве 1%-ной соляной кислоты (10 мл в соответствии с 4.2 разводят водой до 1000 мл) и доводят до объема 1000 мл 1%-ной соляной кислоты.

4.4.3 Стандартный раствор хрома, с концентрацией хрома 1000 мг/л.

Растворяют 3,735 г хромата калия (K_2CrO_4) в воде и доводят водой до объема 1000 мл.

4.4.4 Стандартный раствор молибдена, с концентрацией молибдена 1000 мг/л.

Растворяют 1,840 г гептамолибдата аммония ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) в 1%-ном растворе аммиака (10 мл раствора аммиака минимум 25%-ного, плотностью 0,91 г/мл, разведенного водой до объема 1000 мл) и доводят 1%-ным раствором аммиака до 1000 мл.

4.5 Калибровочные растворы

Разводят стандартные растворы до концентраций, необходимых для калибровки; концентрации должны быть выбраны так, чтобы не превышать линейный диапазон калибровочной функции. Рекомендуется использовать минимум три калибровочных раствора с различными концентрациями. Концентрация кислоты в калибровочных растворах должна быть равной концентрации кислоты в исследуемом растворе (см. EN 13805).

4.6 Компенсационные нулевые растворы, содержащие воду и количество кислоты, равное концентрации кислоты в исследуемом растворе.

4.7 Модификатор

4.7.1 Общие положения

Примеры нижеуказанных модификаторов могут существенно различаться в сочетаниях и концентрации. Рекомендация производителя оборудования должна положить начало последующей оптимизации. Вместо растворов в соответствии с 4.7.2 – 4.7.5 могут быть использованы другие растворы нитрата магния и нитрата палладия.

Примечание – Ответственное лицо должно быть осведомлено о том, что при создании оптимальной температурной программы печи следует использовать специфические модификаторы для заданного элемента.

4.7.2 Раствор нитрата магния

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

4.7.3 Раствор нитрата магния/палладия

Растворяют 0,075 г палладия в 2 мл горячей азотной кислоты (4.3), разбавляют водой до объема 25 мл, добавляют 0,05 г ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) и доводят водой до объема 50 мл.

4.7.4 Раствор фосфата аммония/нитрата магния

Растворяют в воде 0,5 г дигидрофосфата аммония ($NH_4H_2PO_4$), добавляют 0,05 г ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) и 1 мл азотной кислоты (4.3) доводят водой до объема 50 мл.

4.7.5 Раствор палладия/аскорбиновой кислоты

Раствор А: добавляют 500 мкл соляной кислоты (4.2) к 1 мл стандартного раствора палладия с содержанием палладия 10 г/л и доводят объем до 10 мл.

Раствор В: растворяют 1 г аскорбиновой кислоты в 100 мл воды.

Готовят раствор палладия/аскорбиновой кислоты, смешивая одну часть раствора А с одной частью раствора В.

5 Аппаратура и оборудование

5.1 Общие положения

Для того чтобы свести к минимуму загрязнение, вся аппаратура, которая непосредственно контактирует с пробой и растворами, должна пройти предварительную обработку в соответствии с процедурой, изложенной в EN 13804.

5.2 Атомно-абсорбционный спектрометр с коррекцией фона (рекомендуется коррекция фона Зеемана), графитовой печью, снабжаемой аргоном, и системой записи измерений.

5.3 Графитовые трубки с пиролитическим покрытием, с платформой Львова или без нее.

5.4 Автоматическое устройство для введения пробы.

5.5 Источники света для конкретного элемента (лампы с полым катодом или высокочастотные безэлектродные лампы): для свинца, кадмия, хрома и молибдена.

6 Методика

6.1 Подготовка пробы

Исследуемый раствор, полученный методом разложения под давлением в соответствии с EN 13805, может быть использован для определения без дальнейшей обработки.

6.2 Атомно-абсорбционная спектрометрия (атомно-абсорбционная спектрометрия в графитовой печи)

6.2.1 Установки спектрометра

Перед каждым определением регулируют оборудование согласно руководству по эксплуатации изготовителя. Затем определяют оптимальную программу испытаний (по возможности используя пробу исследуемого образца), принимая во внимание, в частности, такие параметры, как температура и время разложения, температура и время атомизации. Кроме того, следует проверить матрицу модификации и введенные объемы. Примеры некоторых характеристик прибора приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристики оборудования

Характеристика	Свинец	Кадмий	Хром	Молибден
Источник излучения	Лампа с полым катодом			
Длина волны	283,3 нм	228,8 нм	357,9 нм	313,3 нм
Щель	0,7 нм	0,7 нм	0,7 нм	0,7 нм

6.2.2 Определение методом атомно-абсорбционной спектрометрии

6.2.2.1 Общие положения

Абсорбцию определяют, используя атомную абсорбцию кратной части исследуемого раствора. Если нет разницы между кривой калибровочной функции в случае использования метода стандартной добавки и калибровочного метода, может быть использован последний метод. Помехи могут быть уменьшены с помощью использования модификатора матрицы (как в 4.7) в сочетании с платформой Львова.

Примечание – Получение данных во время распыления может быть проведено с помощью измерения высоты пика и площади пика. В случае использования платформы Львова рекомендуется использовать измерение площади пика.

6.2.2.2 Калибровочный метод

Устанавливают прибор на ноль, используя компенсационный нулевой раствор в соответствии с 4.6. Выводят калибровочную функцию для каждого элемента путем измерения абсорбций калибровочных растворов с различными концентрациями элементов. Строят график зависимости полученных значений абсорбции от концентрации.

Примечание – Современные приборы для атомно-абсорбционной спектрометрии способны самостоятельно строить калибровочные кривые и отображать измерение пробы непосредственно в единицах концентрации.

Находят линейный диапазон калибровочной функции для каждого элемента и проверяют его повторяемость. Выполняют калибровку в пределах линейного диапазона, используя калибровочный раствор, с учетом концентрации элемента в исследуемом растворе. Теперь определение можно проводить с использованием исследуемого раствора: или необработанного, или, в случае, если

концентрация находится вне линейного диапазона, после соответствующего разбавления. Проверяют компенсационные нулевые растворы и индивидуальные калибровочные растворы при длительном цикле измерений.

6.2.2.3 Метод стандартной добавки

Определяют линейный диапазон калибровочной функции так же, как и в случае использования калибровочного метода (6.2.2.2).

Важно, чтобы измерения проводились в линейном диапазоне в случае использования метода стандартной добавки. Кривая стандартных добавок должна состоять по меньшей мере из трех точек, две из которых являются стандартными добавками. Концентрация стандартного раствора с самой высокой концентрацией должна в 3 − 5 раз превышать концентрацию раствора пробы. Концентрация стандартного раствора с низкой концентрацией должна составлять половину концентрации стандартного раствора с самой высокой концентрацией.

Строят график отношения абсорбций, полученных данным методом, к добавленным концентрациям и экстраполируют полученную прямую линию до момента ее пересечения с осью концентрации.

В случае использования приборов для атомно-абсорбционной спектрометрии, снабженных системами автоматического впрыскивания пробы, в которых добавление пробы происходит непосредственно в графитовую печь, определение может осуществляться без предварительного разбавления пробы, что существенно устраняет риск загрязнения.

6.3 Контроль качества анализа

Для контроля качества анализа нулевые растворы и стандартные пробы, имеющие достоверно известное содержание определяемых элементов, должны анализироваться параллельно со всеми сериями проб, которые анализировались в соответствии с EN 13804. Стандартные пробы должны подвергаться всем этапам метода, начиная с разложения.

7 Расчет

Рассчитывают содержание w как массовую долю определяемого элемента в миллиграммах на килограмм пробы по формуле

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

где a – концентрация элемента в исследуемом растворе, мг/л;
V – объем исследуемого раствора после приготовления, мл;
F – коэффициент разбавления исследуемого раствора;
m – навеска образца, г.

Если необходимо, вычитают содержание элемента нулевого раствора из a.

8 Предел количественного определения

Атомно-абсорбционный спектрометр должен определять концентрации, приведенные в таблице 2, при объеме инжекции 20 мкл измеряемого раствора.

Таблица 2 – Концентрации

Элемент	Pb	Cd	Cr	Mo
Концентрации (мг/л)	0,004	0,0004	0,004	0,004

На предел количественного определения измеряемого раствора в соответствии с EN 13804 влияют следующие параметры:

– тип графитовых трубок;
– температурная программа;
– количество и вид матрицы, присутствующей в растворе минерализата.

В отношении пищевых продуктов предел количественного определения зависит от количества пробы, использованной для разложения, и от конечного объема минерализата. В таблице 3 приведены примеры.

Таблица 3 – Примеры

Навеска, г	Конечный объем, мл	Pb, мг/кг	Cd, мг/кг	Cr, мг/кг	Mo, мг/кг
0,5	20	0,16	0,016	0,16	0,16
2,0	20	0,04	0,004	0,04	0,04

9 Точность результатов испытаний

9.1 Общие положения

Подробные данные результатов межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения, полученные в ходе данного межлабораторного испытания, не применяются для диапазонов концентраций и проб, отличных от приведенных.

9.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытаний, которые были получены на идентичном испытательном материале одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должна превышать предел повторяемости *r,* указанный в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

9.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытаний, полученными на идентичном испытательном материале двумя лабораториями, не должна превышать предел воспроизводимости *R,* указанный в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

Таблица 4 – Сходимость и воспроизводимость

Элемент	Образец	$\bar{x}$, мг/кг	*r*, мг/кг	*R*, мг/кг
Pb	Говяжья печень лиофилизированная	4,40	0,53	1,85
	Непросеянная пшеничная мука	0,37	0,12	0,26
	Говядина лиофилизированная	0,23	0,04	0,09
	Зеленый перец лиофилизированный	0,10	0,04	0,13
	Томатный порошок	0,64	0,21	0,44
	Шпинатный порошок	1,24	0,38	0,62
Cd	Говяжья печень лиофилизированная	2,04	0,33	0,68
	Непросеянная пшеничная мука	0,16	0,03	0,05
	Говядина лиофилизированная	0,014	0,004	0,008
	Зеленый перец лиофилизированный	0,38	0,06	0,22
	Томатный порошок	0,19	0,02	0,08
	Шпинатный порошок	0,40	0,05	0,13
Cr	Говяжья печень лиофилизированная	0,19	0,09	0,14
	Детское питание (сбалансированная диета)	0,17	0,03	0,09
	Печенье из непросеянной муки	0,06	0,03	0,08
	Свиная печень лиофилизированная	0,17	0,09	0,15
	Рисовый порошок	0,11	0,06	0,11
	Белокочанная капуста	0,97	0,41	0,63
Mo	Говяжья печень лиофилизированная	4,20	0,73	1,75
	Детское питание (сбалансированная диета)	0,50	0,09	0,30
	Печенье из непросеянной муки	0,34	0,05	0,12
	Свиная печень лиофилизированная	4,33	0,74	2,31
	Рисовый порошок	0,56	0,14	0,31
	Белокочанная капуста	0,90	0,30	0,44

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать как минимум следующие данные:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) применяемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты испытаний и единицы измерений, в которых они выражаются;

d) дату отбора проб и процедуру отбора проб (если известны);

e) дату окончания анализа;

f) было ли соблюдено требование к пределу повторяемости;

g) подробные данные обо всех операциях, не установленных в настоящем стандарте или рассматриваемых как дополнительные, вместе со сведениями о любых обстоятельствах, возникших при выполнении метода, которые могли повлиять на результат (ы) испытаний.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Точность метода была установлена рабочей группой «Сбалансированные диеты. Анализ следовых элементов» Комиссии Немецкого федерального совета по вопросам здравоохранения для реализации статьи 35 федерального закона Германии о пищевых продуктах и рабочей группой «Неорганические компоненты» исследовательской группы Химического общества по изучению пищевых продуктов Химического общества Германии и было проверено в ходе межлабораторных испытаний, оцененных в соответствии с [3]. Результаты приведены в таблице А.1. Точность данных основана на анализе сертифицированных эталонных материалов. Результаты приведены в таблице А.2.

Таблица А.1 – Результаты межлабораторных испытаний

Элемент	Характеристика	Образец					
		Говяжья печень (лиофилизированная)	Непросеянная пшеничная мука (лиофилизированная)	Говядина (лиофилизированная)	Зеленый перец (лиофилизированный)	Томатный порошок	Шпинатный порошок
Pb	Год проведения испытания	1989	1989	1994	1995	1995	1997
	Количество лабораторий	14	14	11	13	15	11
	Количество лабораторий после устранения выбросов	12	12	10	11	13	10
	Количество выбросов	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
	Значение Хорвица r	8	12	13	15	11	10
	Индекс Horrat r	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
	Значение Хорвица R	13	19	20	23	17	15
	Индекс Horrat R	1,16	1,33	0,71	1,95	1,42	1,15
	Год проведения испытания	1989	1989	1994	1995	1995	1997
	Количество лабораторий	14	14	12	15	17	12
	Количество лабораторий после устранения выбросов	12	12	11	13	15	12
	Количество выбросов	2	2	1	2	2	0
	Количество принятых результатов	60	60	22	26	30	46
	Среднее значение, $\bar{x}$ 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

Продолжение таблицы А.1

Элемент	Характеристика	Образец					
		Говяжья печень (лиофилизированная)	Непросеянная пшеничная мука (лиофилизированная)	Говядина (лиофилизированная)	Зеленый перец (лиофилизированный)	Томатный порошок	Шпинатный порошок
	Значение Хорвица *r*	10	14	20	12	14	12
	Индекс Horrat *r*	0,60	0,44	0,58	0,45	0,32	0,35
	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	0,24	0,02	0,003	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
	Значение Хорвица *R*	14	21	30	19	21	18
	Индекс Horrat *R*	0,81	0,47	0,72	1,09	0,69	0,64
Cr	Год проведения испытания	1989	1991	1991	1999	1999	1999
	Количество лабораторий	14	14	14	18	19	19
	Количество лабораторий после устранения выбросов	12	12	12	15	15	16
	Количество выбросов	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, мг/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
	Значение Хорвица *r*	14	14	16	14	15	11
	Индекс Horrat *r*	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
	Значение Хорвица *R*	21	21	25	21	22	16
	Индекс Horrat *R*	1,32	0,92	2,1	1,44	1,59	1,43
Mo	Год проведения испытания	1989	1991	1991	1999	1999	1999
	Количество лабораторий	14	14	14	14	15	13
	Количество лабораторий после устранения выбросов	12	12	12	12	15	10
	Количество выбросов	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, мг/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
	Значение Хорвица *r*	9	12	12	9	11	11
	Индекс Horrat *r*	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	0,82	0,11	0,16
	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	15	21	13	19	20	17

Окончание таблицы А.1

Элемент	Характеристика	Образец					
		Говяжья печень (лиофилизированная)	Непросеянная пшеничная мука (лиофилизированная)	Говядина (лиофилизированная)	Зеленый перец (лиофилизированный)	Томатный порошок	Шпинатный порошок
	Предел воспроизводимости *R*, мг/кг	1,75	0,30	0,12	2,31	0,31	0,44
	Значение Хорвица *R*	13	18	19	13	17	16
	Индекс Horrat *R*	1,14	1,20	0,69	1,47	1,13	1,08

Таблица А.2 – Сертифицированные значения

Элемент	Проба	Сертифицированное значение, мг/кг	Доверительный интервал (95 %)	Среднее значение, мг/кг
Pb	Говядина лиофилизированная; BCR CRM 184	0,24	0,01	0,23
	Зеленый перец лиофилизированный; JRMM CBNM 403	0,11	0,02	0,10
	Томатный порошок; JRMM CBNM 404	0,63	0,04	0,64
Cd	Говядина лиофилизированная; BCR CRM 184	0,013	0,002	0,014
	Зеленый перец лиофилизированный; JRMM CBNM 403	0,39	0,01	0,38
	Томатный порошок; JRMM CBNM 404	0,19	0,01	0,19
Cr	Свиная печень лиофилизированная; ESB – SC – JUELICH	0,18	0,05	0,17
	Рисовый порошок; LM 1997 – UK – CH	0,12	0,03	0,11
	Белокочанная капуста; ESB – WK – JUELICH	0,90	0,11	0,97
Mo	Свиная печень лиофилизированная; ESB – SC – JUELICH	4,50	0,20	4,33
	Рисовый порошок; LM 1997 – UK – CH	0,54	0,03	0,56
	Белокочанная капуста; ESB – WK – JUELICH	0,88	0,04	0,90

Библиография

[1] Welz, B., Sperling, M.: Atomabsorptionsspektrometrie, Weinheim, Wiley-VCH-Verlag 1997
(Атомно-абсорбционная спектроскопия)

[2] Schlemmer, G., Matter, L.: Atomabsorptionsspektrometrie in Lebensmittel- und Umweltanalytik mit der Spektrometrie, Weinheim, VCH-Verlag 1995
(Атомно-абсорбционная спектроскопия при анализе пищевых продуктов и окружающей среды методом спектрометрии)

[3] ISO 5725:1986 Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by interlaboratory tests (now withdrawn; was used to obtain the precision data)
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Определение сходимости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний (недействующий; использован для получения прецизионных данных))

[4] Schlemmer G., Radziuk B.: Analytical Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, Birkhäuser 1998
(Аналитическая атомно-абсорбционная спектрометрия в графитовых печах)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
EN 13804:2002 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Критерии характеристик, общие оценки и подготовка образца	IDT	СТБ EN 13804:2012 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности, общие требования и подготовка проб
EN 13805:2002 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Разложение под давлением	IDT	СТБ EN 13805:2012 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Разложение под давлением

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 10.07.2012. Подписано в печать 15.08.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.- изд. л. 0,63 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru