ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 13804-2012

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

**Определение следовых элементов.
Критерии эффективности, общие требования и подготовка проб**

ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ

**Вызначэнне следавых элементаў.
Крытэрыі эфектыўнасці, агульныя патрабаванні і падрыхтоўка проб**

(EN 13804:2002, IDT)

Издание официальное

Б3 9-2011

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 664:543.645.5.05:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС 67.050 КП 06 IDT

Ключевые слова: продукты, следовые элементы, определение, гомогенизация, реактив, оборудование

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 18 января 2012 г. № 4

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 13804:2002 Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности, общие требования и подготовка проб).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом CEN/TK 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 международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

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

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным 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

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Рабочие характеристики 3
5 Отбор проб 3
6 Подготовка проб 3
7 Специфические требования для определения элементов 6
8 Лабораторные стандарты качества 7
9 Выражение результатов 8
10 Протокол испытания 8
Библиография 9
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам 10

Введение

Рабочая группа CEN/TC275/WG10 «Следовые элементы (тяжелые металлы)» выбирает и разрабатывает методы анализа следовых элементов в продуктах питания.

Существует много методов анализа для определения следовых элементов в продуктах питания, которые были утверждены и опубликованы; аналитику часто приходится делать выбор между несколькими установленными методами, каждый из которых может быть применим к тому же аналитическому веществу. Рабочая группа приняла решение установить конкретные критерии для руководства в выборе между несколькими методами анализа. Как правило, следует отдавать предпочтение методам анализа, которые соответствуют положениям, содержащимся в пунктах 1 и 2 приложения [1], Решению Комиссии [9] и общим принципам для методов анализа Комиссии Кодекс Алиментариус (CAC), как описано в процедурном руководстве CAC и в «критериях подхода» к методам анализа, разработанным Комитетом Кодекса по методам анализа и отбора проб (ККМАОП).

Критерии эффективности, изложенные в настоящем стандарте, основаны на опубликованных данных или данных, собранных из официальных отчетов о европейских межлабораторных исследованиях. Если подобные эксплуатационные характеристики отсутствуют или недоступны, критерии были созданы на основе опыта и мнений экспертов CEN/TC275/WG10.

Критерии, включенные в настоящий стандарт, были также использованы в качестве руководства в рабочей группе 10 для выбора конкретных методов анализа стандартизованных следовых элементов.

Кроме того, рабочая группа 10 также приняла решение поделиться некоторыми общими сведениями обработки образца и его подготовки, о лабораторном оборудовании, оборудовании, реактивах, посуде и т. д., которые применимы к выбранным методам.

Описаны общие процедуры подготовки проб, а также примеры для некоторых продуктов питания.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Определение следовых элементов.
Критерии эффективности, общие требования и подготовка проб

ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ
Вызначэнне следавых элементаў.
Крытэрыі эфектыўнасці, агульныя патрабаванні і падрыхтоўка проб

Foodstuffs
Determination of trace elements.
Performance criteria, general considerations and sample preparation

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает критерии эффективности для выбора методов анализа следовых элементов в продуктах питания и отображает общие требования к подготовке проб, аппаратуре, оборудованию и реактивам для анализа следовых элементов.

При выборе метода анализа для конкретного вида пищевого продукта следует отдавать предпочтение какому-либо методу, который был разработан соответствующим вертикальным техническим комитетом, а не использовать метод, который разработан горизонтальным техническим комитетом CEN/TC 275/WG 10.

Ответственность при выборе подходящего вертикального стандарта, который должен быть опубликован, возлагается на аналитика.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

ISO 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов измерения и результаты измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 валидация метода (method validation): Процесс получения данных, указывающих на точность и прецизионность метода, которые используются при анализе определенных веществ и типов образцов.

3.2 прецизионность (precision): Близость между независимыми результатами испытаний, полученными при определенных принятых условиях [ISO 5725-1:1994].

3.3 повторяемость (repeatability): Прецизионность в условиях повторяемости [ISO 5725-1:1994].

3.4 условия повторяемости (repeatability conditions): Условия, при которых независимые результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в одной лаборатории одним лаборантом с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени [ISO 5725-1:1994].

Издание официальное

3.5 воспроизводимость (reproducibility): Прецизионность в условиях воспроизводимости [ISO 5725-1:1994].

3.6 условия воспроизводимости (reproducibility conditions): Условия, при которых результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в различных лабораториях, разными лаборантами с использованием различного оборудования [ISO 5725-1:1994].

3.7 относительное внутрилабораторное стандартное отклонение RSD_r (relative within laboratory standard deviation): Характеристика прецизионности, которая относится к внутрилабораторной изменчивости метода. Это стандартное отклонение, выраженное в процентах от среднего значения, полученное в условиях повторяемости. Показатель вычисляют по формуле (1)

$$RSD_r = \frac{S_r}{\bar{\chi}} \times 100 \ \%. \quad (1)$$

3.8 относительное межлабораторное стандартное отклонение RSD_R (relative between laboratory standard deviation): Характеристика прецизионности, которая относится к межлабораторной изменчивости метода. Это стандартное отклонение, выраженное в процентах от среднего значения, полученного в условиях воспроизводимости. Показатель вычисляют по формуле (2)

$$RSD_R = \frac{S_R}{\bar{\chi}} \times 100 \ \%. \quad (2)$$

3.9 индекс Horrat Ho_r для повторяемости (Horrat index for repeatability): Наблюдаемый RSD_r, разделенный на RSD_R, рассчитанный из формулы Хорвица, при условии $r = 0{,}66R$.

3.10 индекс Horrat Ho_R для воспроизводимости (Horrat index for reproducibility): Наблюдаемый RSD_R, разделенный на RSD_R, рассчитанный по формуле Хорвица.

3.11 правильность (trueness): Близость среднего значения, полученного на основании большой серии результатов испытаний, к принятому эталонному значению величины [ISO 5725-1:1994].

3.12 практичность (practicability): Нестандартная характеристика аналитического метода, которая зависит от области применения данного метода и обуславливается такими требованиями, как количество пробы, израсходованной за определенный срок, и затраты [9].

3.13 применимость (applicability): Перечень продуктов, для которых предполагаемый метод может применяться в качестве представленного, в том числе с незначительными изменениями [9].

3.14 специфичность (specificity): Способность метода устанавливать различие между анализируемым веществом, представляющим интерес, и другими веществами, присутствующими в образце [9].

3.15 предел обнаружения (limit of detection): Наименьшее содержание, в котором возможно определить присутствие анализируемого вещества с приемлемой статистической достоверностью. Предел обнаружения численно равен утроенному значению среднего значения стандартного отклонения холостой пробы ($n > 20$) [9].

3.16 предел количественного выражения (limit of quantification): Наименьшее содержание анализируемого вещества, которое может измеряться с приемлемой статистической достоверностью. Если точность и прецизионность являются постоянными в диапазоне концентраций по всему пределу обнаружения, то предел количественного выражения численно равен шести значениям среднего значения стандартного отклонения холостой пробы ($n > 20$) [9].

3.17 стандартный образец [reference material (RM)]: Материал или вещество, одно или несколько значений параметров которого достаточно однородны и точно установлены, предназначены для использования при поверке/калибровке средств измерений, для оценки метода измерения или для приписывания значений материалам [4].

3.18 сертифицированный стандартный образец [certified reference material (CRM)]: Стандартный образец, сопровождаемый сертификатом, одно или более значений параметров которого сертифицированы по процедуре, устанавливающей его прослеживаемость к точной реализации единицы, выражающей эти значения, и для которого каждое сертифицированное значение сопровождается неопределенностью при установленном уровне доверия [4].

3.19 холостая проба (blank): Раствор, полученный в результате выполнения всех пунктов процедуры анализа, за исключением внесения исследуемой порции анализируемого вещества [4].

3.20 лабораторная проба (laboratory sample): Проба, предназначенная для лабораторного анализа.

3.21 исследуемая проба (test sample): Часть продукта, отделенная от лабораторной пробы, которая является представительной по своему составу.

3.22 исследуемая порция (test portion): Представительное количество исследуемой пробы, используемое для окончательного анализа.

3.23 подготовка пробы (sample preparation): Действия, осуществляемые над лабораторной пробой, с целью выделения исследуемой пробы. Например, подготовка и отделение употребляемой в пищу части (мытье, очистка от кожуры, изъятие косточек из фруктов, измельчение) и при необходимости гомогенизация, высушивание или лиофилизация.

4 Рабочие характеристики

Рабочие характеристики, приведенные в таблице 1, предназначены для использования в качестве рекомендаций при выборе наиболее подходящего метода. Ответственность за выбор несет аналитик. Следует выбрать метод, правильность которого была полностью подтверждена, т. е. рабочие характеристики выбранного метода должны быть составлены на основе опубликованных данных, полученных из официальных отчетов о межлабораторных исследованиях следовых элементов, которые были проведены в соответствии с требованиями ISO 5725-1 и ISO 5725-2 или [8].

Таблица 1 – Рабочие характеристики

Характеристика	Значение/пояснение
Применимость	Всеобъемлющая и представительная группа пищевых продуктов
Точность	Индекс Horrat r и $R \leq 2$ при подтверждении совместных испытаний (некоторые организации могут устанавливать индекс Horrat < 2)
Специфичность	Не допускается наличие существенных (перекрестных) влияний
Правильность	Рассчитывается с помощью исследования сертифицированного стандартного образца. Найденное среднее значение должно подпадать под сертифицированный интервал (отлично) или должно перекрывать два доверительных интервала (приемлемо)
Предел количественного выражения	Достаточный для измерения при конкретном значении

5 Отбор проб

Методы отбора проб не включены в настоящий стандарт. Образцы должны представлять собой исходную совокупность. Процедуры, используемые для приобретения, измельчения и хранения образца, влияют на надежность результатов анализа. Отбор проб продуктов, используемых для анализа следовых элементов, требует особых мер предосторожности во избежание загрязнения или потери при погрузочно-разгрузочных работах и в транспортном средстве лаборатории.

6 Подготовка проб

6.1 Общие сведения

Подготавливают однородные пробы способом, который используется и при приготовлении пищевых продуктов в обычных домашних условиях. Следует максимально избегать загрязнения пробы в процессе подготовки, например при измельчении и резке.

6.2 Реактивы, аппаратура и оборудование

В подготовке проб не должны использоваться реактивы и химические вещества, кроме воды. Для мытья некоторых образцов, например овощей, можно использовать обычную воду из крана. В зависимости от целей анализа и элементов, которые будут определены, при необходимости используют очищенную воду (см. 7.1). Оборудование, необходимое для подготовки проб:

– предметы из нержавеющей стали (например, нож для хлеба, нож для мяса, консервный нож, ножницы, а также пластмассовые предметы, такие как ложки);
– пластиковая центрифуга для обсушки салатных листьев;
– кухонная мельница;
– кофемолка;
– овощерезка с ножами из нержавеющей стали;
– сушильный шкаф;
– аппаратура для сублимационной сушки;
– гомогенизатор.

Оборудование, соприкасающееся с образцом, очищают моющим средством и горячей водой и промывают деионизированной водой.

Проблемы загрязнения возникают тогда, когда используется оборудование из нержавеющей стали или железа для анализа таких элементов, как хром, молибден, никель и железо. В таких случаях для измельчения и гомогенизации должно использоваться специальное оборудование, титановые или керамические ножи, агатовая ступка или шаровая мельница. Гомогенизаторы выбирают осторожно, чтобы не вызвать потери летучих элементов (например, нагревание образца во время смешивания) или вызвать загрязнение элементов, которые будут определены.

6.3 Хранение

Лабораторные и исследуемые пробы следует хранить таким образом, чтобы их состав не менялся и не приводил к высыханию, испарительной потере или порче. Исследуемый образец должен быть получен из лабораторного образца очень быстро.

Пробы некоторых продуктов могут храниться в течение нескольких лет при комнатной температуре в сухом виде, упакованные в полиэтиленовые пакеты с застежкой или в хорошо закрытых пластиковых цилиндрах, в защищенном от света месте. Однако желательно хранить образцы замороженными.

В некоторых жирных продуктах (например, мясе, мясных продуктах) даже после сублимационной сушки довольно быстро происходит заплесневелость или порча во время хранения при комнатной температуре. Исследуемые образцы таких продуктов хранят при глубокой заморозке.

6.4 Процедуры подготовки образца

6.4.1 Общие сведения

В анализе следовых элементов должна быть исследована только та часть, которая предназначена для приема в пищу, и результаты будут относиться только к этой части. Для подготовки исследуемого образца должен быть образец массой не менее 200 г из съедобной части лабораторного образца. Части, которые не предназначены для приема в пищу, должны быть исключены из продуктов, например внешние листья, кожура, кожа, кости. Загрязнение поверхности, такое как почва, гнилые части растений или листья, должны быть удалены. Образцы пищевых продуктов должны быть очищены в зависимости от степени их загрязненности.

Во время промывки образцов следует избегать эффекта выщелачивания на поверхности среза. Для того чтобы избежать загрязнения водопроводной водой, рекомендуется окончательное ополаскивание деионизированной водой. Промывочная вода должна быть удалена с образцов путем осушения, промокания мягкой бумагой (например, рыба, грибы) или с помощью сепаратора (например, вьющиеся или измятые, морщинистые овощи).

6.4.2 Подготовка образцов некоторых пищевых продуктов

Процедуры подготовки образцов некоторых пищевых продуктов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Примеры процедур подготовки образцов некоторых пищевых продуктов

Пищевые продукты	Подготовка образца
Молоко	Хорошо взбалтывают
Сыр	Удаляют восковую, промасленную или окрашенную оболочку, съедобную оболочку не удаляют
Яйца	Удаляют скорлупу
Мышечное мясо теплокровных животных, печень и почки	Удаляют кости, сухожилия, соединительные ткани и видимый жир. Не вырезают части из почек, а гомогенизируют в целом виде
Колбасы	Удаляют несъедобную упаковку
Рыба	Промывают рыбу водой. Во время резки следует не повредить брюшную стенку во избежание загрязнения мышцы кишками. Гомогенизируют только мышцы без кожи и костей. Виды рыб, которые обычно предназначены для еды с костями и кожей (чешуйки), например сардины, анчоусы, шпроты и снеток, перемешать без отделения мяса от костей
Рыбные консервы	Отделяют рыбу и другие части продукта по возможности

Окончание таблицы 2

Пищевые продукты	Подготовка образца
Ракообразные и моллюски	В ракообразных до проведения анализа удаляют видимый пищеварительный тракт. Съедобная часть, полученная из лабораторного образца, должна быть освобождена от осколков или части наружного скелета. Если исследуется съедобная часть головоногих моллюсков, все части кишечника должны быть удалены
Зерновые	Съедобные зерна должны быть отделены от мякины. Если возможно, образец должен состоять из частиц размером менее 300 мкм в соответствии с 6.4.3
Овощи, семена масленичной культуры, орехи	Удаляют поврежденные плоды и грязные части, а также скорлупу орехов
Картофель	Удаляют ростки и землю. Картофель следует вымыть, очистить и промыть водой
Листовые овощи	Удаляют грязные, сухие или гнилые части и стебли, промывают образец
Стеблевые овощи	Удаляют грязные, сухие или гнилые листья. Удаляют стебли, если они не предназначены для еды. Промывают образец. Образцы, где стебли предназначены для еды (например, лук, кольраби), должны быть очищены и промыты водой
Плодовые овощи	Удаляют стебли, чашелистики, лепестки, грязные и гнилые части. При необходимости моют образцы и удаляют семена. Плоды, которые не предназначены для еды с кожурой, не промывают, но очищают, а семена удаляют (например, тыква, дыня)
Корнеплоды	Удаляют верхушки, кончики, грязные и гнилые части, соскребают и промывают образцы
Переработанные овощи	Специальной обработки не требуется. Консервированные продукты, где жидкость не предназначена для приема в пищу (например, огурцы, маринованные в рассоле), анализируют без жидкости. В противном случае целиком обработанный овощ должен быть гомогенизирован
Грибы	Удаляют остатки насекомых и гнилые или грязные части. Удаляют кожу шляпки и промывают образец
Мягкие фрукты	Удаляют грязные части, плохие ягоды, плодоножки и чашелистики, промывают образец
Яблоки	Удаляют грязные или гнилые части, стебель и листья. Промывают образец и удаляют семена и сердцевину
Косточковые	Удаляют грязные или гнилые части, стебли и листья. Промывают образец и удаляют косточку
Цитрусовые	Удаляют кожуру и семена с образца
Переработанные фрукты	Гомогенизируют целый образец, включая жидкость
Другие переработанные пищевые продукты (консервы, замороженные продукты)	Удаляют из упаковки посредством слива соус, рассол или другое вещество, которое не употребляют в пищу
Вина и алкогольные напитки	Печать удаляют с любой бутылки, на которой может находиться свинцовое уплотнение крышки, и тщательно очищают верхнюю часть бутылки влажной тканью до удаления пробки. Следует откачать газ из игристых вин с использованием ультразвуковой ванны до того, как будет взята исследуемая проба или исследуемая порция. Любые вина, содержащие осадок, процеживают до того, как будет взята исследуемая проба или исследуемая порция. При альтернативном методе удаляют пробку, закрывают горлышко бутылки пищевой пленкой. Затем дают бутылке отстояться до осаждения всех твердых частиц. Отбирают из бутылки необходимый объем пробы, используя пипетку

6.4.3 Гомогенизация

После подготовки в соответствии с таблицей 2 образцы должны быть гомогенизированы с помощью соответствующего оборудования (см. 6.2).

Замороженные продукты питания могут быть полностью гомогенизированы до размораживания. Следует проявлять осторожность, чтобы избежать потери жидкости при размораживании. Замороженные продукты должны быть высушены сублимацией без оттаивания.

Гомогенизация сухих пищевых продуктов (например, чайные листья, травы, водоросли) может быть повышена за счет добавления известного количества воды.

7 Специфические требования для определения элементов

7.1 Реактивы

Вода, используемая в определении следовых элементов, должна быть высокого качества, например бидистиллированная, дистиллированная в кварцевом аппарате, деионизированная вода или вода, обработанная в специальном аппарате. Концентрация следовых элементов в воде должна быть достаточно низкой, не влияющей на результаты определения.

Химические вещества аналитической степени чистоты, как правило, недостаточно чисты. Альтернативой является проведение дополнительной очистки в лаборатории. Например:

– «дистилляция до вскипания» (т. е. дистилляция при температуре чуть ниже температуры кипения очищаемой жидкости, проходящая таким образом, что не происходит переноса загрязняющих веществ как результата появления частиц во время кипения). Это предпочтительно происходит в кварцевом аппарате с косвенным инфракрасным нагревом. Метод используется в основном для очистки концентрированных неорганических кислот, таких как азотная и соляная кислота, а также аммиак;

– одиночная или двойная дистилляция. Это относится в первую очередь к органическим растворителям;

– электролиз с ртутным катодом. Этот метод отлично подходит для очистки буферных растворов, используемых в вольтаметрии повторного распада;

– ионный обмен с катионитом. Этот метод может быть использован для воды и водных растворов.

7.2 Стандартные вещества и эталонные материалы

Источник получения контрольных веществ, используемых для калибровки, должен быть прослеживаемым. Стандартные образцы, используемые в целях внутреннего контроля качества, должны быть по возможности прослеживаемыми по отношению к сертифицированному стандартному образцу [4].

7.3 Посуда и оборудование

7.3.1 Особые требования, касающиеся состава

Посуда из легкоплавкого стекла не пригодна для использования при определении следовых элементов по причине их возможной миграции с поверхности стеклянных стенок.

В большинстве случаев лабораторная посуда (например, колбы, мерные колбы, стаканы, сосуды, блюда или тигли) должны быть заменены на изготовленные из кварца, полимеров [например, политетрафторэтилена (PTFE), перфлуороалкоксифлуорокарбонов (PFA)] или полиолефинов (например, полиэтилена, полипропилена).

После предварительной очистки разбавленной кислотой, загрязнение от этих материалов будет маловероятным, но каждый вид материала должен быть проверен, чтобы не повлиять на концентрацию определяемых элементов. Стоит принять во внимание возможность адсорбции на стенках, если посуда неоднократно использовалась или заметны поцарапанные поверхности.

Для таких операций, как резка, измельчение, взвешивание, следует использовать специальное оборудование, такое как титановые или керамические ножи, фарфоровые или кварцевые шпатели, ножи с тефлоновым покрытием, лопатки и щипцы, агатовые мельницы.

Для минерализации пробы под давлением следует использовать посуду и чашки из кварца или фторополимеров.

7.3.2 Очистка

Очистка изделий из стекла и другого оборудования в посудомоечной машине является недостаточной для определения следовых элементов. Целесообразно провести следующую процедуру:

– промывают водопроводной водой сильно загрязненное стекло и другие приборы и обрабатывают их мыльным раствором, если это необходимо, для удаления масла и/или жира;

– смывают любые остатки мыла водопроводной водой и оставляют оборудование на ночь погруженным в пластиковый контейнер, заполненный смесью концентрированной азотной кислоты и воды (1 : 9).

Затем следует промыть оборудование перед использованием очищенной водой (см. 7.1). При очистке, сушке и/или хранении оборудования на складе важно создать условия, исключающие проникновение пыли (например, сушка в вакуумной сушилке или хранение в хорошо запечатанных коробках).

Одноразовые пластиковые изделия должны быть промыты кислотой перед использованием и регулярно проверяться на миграцию следовых элементов.

7.4 Оборудование

Измерительные приборы должны быть установлены в помещениях, кроме тех, в которых осуществляются подготовительные операции и уничтожение.

Оборудование также может быть источником следовых элементов. Важно также рассмотреть вопрос о том, могут ли повлиять на результат анализа такие операции, как обслуживание и ремонт оборудования.

Муфельные печи могут быть источником загрязнения посредством пыли из печи с кварцевыми внутренними стенками или кварцевыми вставками и при чистке (например, с помощью пылесоса). Печь должна также регулярно нагреваться предпочтительно выше обычной температуры сжигания (т. е. на несколько сотен градусов выше, чем максимальная температура при операции сжигания).

Микроволновые печи должны регулярно проверяться на передаваемую мощность. Если измеренное воздействие не совпадает с указанием, следует настроить программу соответствующим образом. Проводят простую калибровку следующим образом, например:

– заполняют пластиковый стакан с 1000 г воды при комнатной температуре;
– измеряют температуру T_b;
– помещают стакан в печь и нагревают при полной мощности в течение 120 с;
– достают стакан, перемешивают воду и измеряют ее температуру T_a;
– передаваемая мощность P в ваттах равна $P = 35 \times (T_a - T_b)$.

7.5 Лаборатория

По возможности следует избегать использования объектов и оборудования, состоящих полностью или частично из металлов, следовые количества которых измеряются.

В помещениях, где проводят следово-элементный анализ, следует избегать использования химических веществ и веществ для других аналитических определений или для общих целей очистки, содержащих большое количество одного или нескольких элементов, которые будут определены.

Воздух в лаборатории должен быть максимально чистым (с низким содержанием пыли). По возможности следует использовать вытяжные шкафы.

Необходимо определить состав пыли на полу, оборудовании, стенах, подоконниках и в муфельной печи и при необходимости принять меры по устранению и избеганию «загрязненной» пыли.

8 Лабораторные стандарты качества

8.1 Общие сведения

Лаборатории обязаны иметь подтверждение своей компетентности и подтверждение того, что их работа постоянно контролируется.

8.2 Проверка квалификации

Участие в схемах проверки квалификации, которые соответствуют [3], необходимо для лабораторий, осуществляющих официальный контроль качества пищевых продуктов. Некоторые из этих схем, которые соответствуют [3], действуют как на национальном, так и на международном уровне.

8.3 Внутренний контроль качества

Лаборатории по официальному контролю качества пищевых продуктов должны быть в состоянии продемонстрировать, что они обладают процедурами внутреннего контроля качества на месте. Примеры приведены в [4] и ISO/IEC 17025.

Стандартные образцы или сертифицированные стандартные образцы, как описано в 3.17 и 3.18, относятся к объектам анализа вместе с исследуемыми образцами и подвергаются точно такой же обработке. Стандартный образец содержит соответствующие концентрации анализируемых веществ

и значение, присвоенное (или сертифицированное) данной концентрации. Стандартные образцы действуют в качестве заменителей для исследуемых материалов и поэтому являются материалом для калибровки оборудования.

Стандартные образцы используются в сочетании с контрольными картами, которые отражают как систематические отклонения, так и временные воздействия. Систематическое отклонение заметно в качестве значительного отклонения от центральной линии присвоенного (или сертифицированного) значения. Изменение при временном воздействии предсказуемо с точки зрения стандартного отклонения, когда система находится под статистическим контролем. Это стандартное отклонение используется для определения пределов действия и пределов предупреждения, чтобы принять или отвергнуть результаты анализа.

Холостые пробы, как описано в 3.19, служат для двух целей:

a) долгосрочной оценки, которая требует большого числа (> 20) холостых проб, из которых рассчитываются среднее значение и стандартное отклонение. Среднее значение может использоваться для коррекции результата загрязнения и стандартного отклонения для установления предела обнаружения. Оба параметра должны регулярно пересчитываться с использованием новых результатов контрольных проб, с тем чтобы отразить нынешнюю ситуацию в лаборатории;

b) оценки партии. Каждая партия образцов содержит достаточное количество холостых проб, для которых должны быть рассчитаны результаты сильного (случайного) загрязнения. Если наблюдается сильное загрязнение, следует решить, вся ли партия загрязнена до той степени, при которой партия отбраковывается.

9 Выражение результатов

Числовое значение и единицы измерения результатов должны быть в соответствии с требованием прецизионности (например, если ограничения будут выражены в миллиграммах на килограмм, результаты должны быть выражены в тех же единицах).

Для некоторых пищевых продуктов следует выражать результаты концентрации в виде веса элемента в сухом веществе пробы. В этом случае должна быть предоставлена информация о содержании воды в анализируемой пробе, а также об используемом методе определения влажности.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать необходимую информацию в соответствии с ISO/IEC 17025.

Библиография

[1] Council Directive 85/591/EEC of 20 December 1985, concerning the introduction of community methods of sampling and analysis for the monitoring of foodstuffs intended for human consumption (Директива Совета 85/591/EEC от 20 декабря 1985 г. о введении методов Сообщества по отбору проб и анализу для мониторинга пищевых продуктов, предназначенных для потребления человеком, OJ EC, 1985, № L 372 с. 50 – 52)

[2] Horwitz, W., Evaluation of analytical methods for regulation of foods and drugs. Analytical Chemistry (Horwitz, W., Оценка аналитических методов регулирования пищевых продуктов и лекарств. Аналитическая химия, 1982, 54, с. 67 – 76)

[3] International harmonised protocol for proficiency testing of (chemical) analytical laboratories, Pure Applied Chemistry, (Also published in Journal of AOAC International, 76:926) [Международный гармонизированный протокол по проверке квалификации (химических) аналитических лабораторий. Прикладная химия), 1993, 65, с. 2123 – 2144, также опубликован в журнале AOAC International, 76:926)]

[4] International harmonised guidelines for internal quality control in analytical laboratories. Pure Applied Chemistry (Международное гармонизированное руководство по внутреннему контролю качества в аналитических лабораториях. Прикладная химия, 1995, 67, с. 649 – 666)

[5] Council of Europe, 1994. Lead, cadmium and mercury in food: assessment of dietary intakes and summary of heavy metal limits of foodstuffs (Совет Европы, 1994. Свинец, кадмий и ртуть в пищевых продуктах: оценка пищевого рациона и список пределов тяжелых металлов продуктов питания, с. 59)

[6] Procedural Manual of the Codex Alimentarius Commission (Руководство по процедуре Комиссии Кодекс Алиментариус, ФАО, 1997 г.)

[7] FAO/WHO. Criteria for evaluating acceptable methods of analysis for Codex purposes. CX/MAS 95/3 (ФАО/ВОЗ. Критерии оценки приемлемых методов анализа для целей Кодекса. CX/ MAS 95/3)

[8] IUPAC/ISO/AOAC, Protocol for the design, conduct and interpretation of collaborative studies. Pure and Applied Chemistry (IUPAC/ISO/AOAC. Протокол планирования, проведения и интерпретации совместных исследований. Чистая и прикладная химия, 1995, 67, с. 331 – 343)

[9] Commission Decision 90/515/EEC of 18 October 1990 laying down the reference methods for detecting residues of heavy metals and arsenic. O.J. EC, 1990, Nr L 286, p. 33 (Решение Комиссии 90/515/EEC от 18 октября 1990 г., устанавливающее эталонные методы обнаружения остатков тяжелых металлов и мышьяка, O.J. EC, 1990, № L 286, с. 33)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам

Обозначение и наименование ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения	IDT	СТБ ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения
ISO 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов измерения и результаты измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения	IDT	СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий	IDT	СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 16.02.2012. Подписано в печать 12.03.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,74 Уч.- изд. л. 0,90 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