ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 14084— 2014

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение следовых элементов

Определение содержания свинца, кадмия, цинка, меди и железа с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии после микроволнового разложения

(EN 14084: 2003, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 9984
20 октября .2014 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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 Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации № 60 «Экологически чистая продукция»

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстана

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол 71-П от 20 октября 2014 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 14084:2003 Foodstuffs – Determination of trace elements – Determination of lead, cadmium, zinc, copper and iron by atomic absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение содержания свинца, кадмия, цинка, меди и железа с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии после микроволнового разложения).

Настоящий стандарт является идентичным осуществлением европейского стандарта EN 14084:2003 и принят с разрешения CEH, по адресу: B-1000 Брюссель, пр. Марникс 17.

Европейский стандарт EN 14084:2003 разработан техническим комитетом 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы», секретариатом которого считается DIN.

Перевод с английского языка (en)

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен (разработан) настоящий стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальном органе по стандартизации указанных выше государств.

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

Степень соответствия – идентичная, (IDT)

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

Стандарт подготовлен на основе применения

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

Содержание

Введение
1 Область применения ---------- 1
2 Нормативные ссылки ---------- 1
3 Основные принципы---------- 2
4 Реактивы ---------- 2
5 Приборы и оборудование---------- 3
6 Процедуры---------- 3
7 Вычисления---------- 7
8 Точность---------- 7
9 Отчет по испытанию ---------- 9
Приложение А (информационное) Результаты межлабораторного исследования 10
Библиография ---------- 15
Приложение Д.А (информационное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 16

Введение

Настоящий стандарт может использоваться параллельно с другими стандартами по определению содержания следовых элементов в пищевых продуктах.

Использование настоящего стандарта предполагает разработку на основе положений стандарта методик измерений для конкретного целевого применения, их валидацию и\или аттестацию в соответствии с порядком, определенным в стране, в которой находится лаборатория, применяющая методику.

Данный метод применим к различным типам пищевых продуктов, кроме масел, жиров и других продуктов с крайне высоким содержанием жира. Он был успешно проверен в ходе межлабораторного испытания, в котором участвовали 16 лабораторий. Пищевые продукты включают в себя различные диетические продукты, хлебные злаки, рыбу, говядину, молоко и грибы.

Атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС) − метод элементного анализа, основанный на измерении селективного поглощения оптического излучения определенной длины волны нейтральными атомами определяемого элемента. АСС − один из самых точных и производительных физико-химических методов анализа жидких проб различного происхождения.

Образцы подвергаются разложению в микроволновой печи, образцы помещают в закрытые сосуды со смесью азотной кислоты и перекиси водорода. Получившийся в итоге раствор разводится водой и при помощи процедур атомно- абсорбционной спектрометрии, проводимых в графитовой или пламенной нагревательной печи, определяется содержание в нем металла.

Настоящий стандарт будет способствовать:

- определению содержания металлов в пищевых продуктах и установлению их концентрации, так как металлы необходимы для нормального протекания физиологических процессов в организме человека. Однако при повышенных концентрациях они токсичны.

- определению с достаточно высокой чувствительностью и точностью одного элемента в присутствии большого числа других, быстрота и простота анализа. Атомно-абсорбционный метод позволяет определить до 70 элементов

Настоящий стандарт содержит информацию о наиболее простом методе определения содержания следовых элементов в пищевых продуктах, о преимуществах недостатках данного метода и правилах его использования.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Определение следовых элементов
Определение содержания свинца, кадмия, цинка, меди и железа с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии после микроволнового разложения

Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of lead, cadmium, zinc, copper and iron by atomic absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свинца, кадмия, цинка, меди и железа в пищевых продуктах с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) после микроволнового разложения.

Данный метод применим к различным пищевым продуктам, кроме масел, жиров и других продуктов с высоким содержанием жира.

Метод был успешно проверен в ходе межлабораторного испытания, в котором участвовали 16 лабораторий [1]. Метод ААС после микроволнового разложения применяется к таким пищевым продуктам, как крупа, рыба, говядина, молоко, грибы, а также диетическим продуктам.

Некоторые пищевые продукты являются объектом рассмотрения других стандартов, поэтому не включены в область применения настоящего стандарта. Поиск таких стандартов является задачей лаборанта-аналитика.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для датированных ссылок принимают только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

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).

Издание официальное

3 Принцип метода

Разложение пробы проводят в закрытых сосудах в микроволновой печи в смеси азотной кислоты и перекиси водорода. Полученный раствор разводят водой и содержание металлов определяют методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии или методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи

В н и м а н и е – Настоящий стандарт может применяться в работе с опасными материалами и типами оборудования. Тем не менее, в нем не рассматриваются проблемы безопасности, связанные с его применением. Ответственность за установку соответствующих ограничений и норм безопасности несет исключительно пользователь настоящего стандарта.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Концентрация определяемых элементов в используемых реактивах и в воде должна быть достаточно низкой, чтобы не повлиять на результаты анализа.

4.2 Азотная кислота, не менее 65 % (массовая доля), при плотности приблизительно ρ (HNO_3) = 1,4 г/см^3.

4.2.1 Азотная кислота, $c \approx 0{,}1$ моль/дм^3:

Разводят 7 см^3 концентрированной азотной кислоты (4.2) дистиллированной водой до 1000 см^3.

4.2.2 Азотная кислота, $c \approx 3$ моль/дм^3:

Разводят 200 см^3 концентрированной азотной кислоты (4.2) дистиллированной водой до 1000 см^3.

4.3 Перекись водорода, 30 % (массовая доля).

4.4 Стандартные растворы

П р и м е ч а н и е – Стандартные растворы для свинца, кадмия, цинка, меди и железа приготавливаются из металлов или их солей металлов. Рекомендуется использовать готовые аттестованные стандартные растворы, если таковые доступны для приобретения. Нижеуказанные способы приготовления стандартных растворов приведены в качестве примера

4.4.1 Стандартный раствор для свинца, 1000 мг/дм^3:

Растворить 1 г свинца в 7 см^3 азотной кислоты (4.2) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Объем полученного раствора доводят водой до нужного объема.

4.4.2 Стандартный раствор для кадмия, 1000 мг/дм^3:

Растворить 1 г кадмия в 20 см^3 смеси, состоящей из 10 см^3 воды и 10 см^3 азотной кислоты (4.2), в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Объем полученного раствора доводят водой до нужного объема.

4.4.3 Стандартный раствор для цинка, 1000 мг/дм^3:

Растворить 1 г цинка в 14 см^3 воды и 7 см^3 азотной кислоты (4.2) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Объем полученного раствора доводят водой до нужного объема.

4.4.4 Стандартный раствор для меди, 1000 мг/дм^3:

Растворить 1 г меди в 7 $см^3$ азотной кислоты (4.2) в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Объем полученного раствора доводят водой до нужного объема.

4.4.5 Стандартный раствор для железа, 1000 $мг/дм^3$:

Растворить 1 г железа в 14 $см^3$ воды и 7 $см^3$ азотной кислоты (4.2) в мерной колбе на 1 000 $см^3$. Объем полученного раствора доводят водой до нужного объема.

4.5 Растворы для калибровки

Стандартные растворы 4.4.1–4.4.5 разбавляют азотной кислотой $c \approx 0{,}1$ моль/$дм^3$ (п. 4.2.1) таким образом, чтобы концентрации определяемых элементов находились в линейном диапазоне.

5 Приборы и оборудование

5.1 Общие положения

Стеклянная и пластмассовая лабораторная посуда должна быть тщательно очищена и вымыта в соответствии с требованием EN 13804.

5.2 Атомный абсорбционный спектрометр с коррекцией фона, снабженный автосамплером (или автоматическим дозатором) для графитовой печи, горелкой для пламенного анализа и соответствующей системой подачи газа.

5.3 Лампы для анализа конкретных элементов, например лампы с полым катодом для анализа всех элементов.

5.4 Графитовые трубки (кюветы) с пиролитическим покрытием и платформами для свинца и кадмия.

5.5 Микроволновая печь, разработанная специально для использования в лабораторных условиях (рекомендуется проверить на поставляемую мощность в соответствии с требованием, описанного в EN 13804), и сосуды для микроволнового разложения со стандартной вместимостью 100 $см^3$, выдерживающие давление, как минимум, в 1,4 МПа.

5.6 Пластмассовые бутылки с герметичными крышками, 100 $см^3$.

6 Процедуры

6.1 Предварительная обработка

Гомогенизируют образец в соответствии с рекомендациями, данными в стандарте EN 13804. По мере надобности высушивают образец таким способом, который не повлияет на содержащийся в нем элемент, например посредством сублимационной сушки.

6.2 Разложение под давлением

Взвешивают в сосуде для разложения (5.5) количество пробы, эквивалентное массе сухого вещества от 0,2 до 0,5 г. Так, например, максимальная навеска пробы, содержащего 50 % воды, составляет 1 г (= 0,5 г сухой массы), а рабочая часть материала, содержащего 95 % воды, может составлять 2 г (< 0,5 г сухой массы). Для каждой партии проводят холостой опыт с реактивами.

Добавить в сосуд для микроволнового разложения 5 $см^3$ азотной кислоты (4.2) и 2 $см^3$ перекиси водорода (4.3) или же определить их объем в соответствии с рекомендациями изготовителя используемой микроволновой печи. Закрыть сосуд, поместить его в держатель в микроволновой печи и закрыть дверцу. Установить программу печи (ее мощность и время обработки) в соответствии с рекомендациями изготовителя для анализируемой пробы.

Обычно в программу входит стадия, при которой печь несколько минут работает на низкой мощности, после чего следует еще одна (или более) стадия работы при более высоких параметрах мощности. Мощность между отдельными стадиями рекомендуется увеличивать постепенно, чтобы избежать внезапных скачков давления внутри сосудов. Пример такой программы показан в таблице 1.

Таблица 1 − Программа разложения под давлением
(Параметры даны в качестве примера, применимого к печи CEM MDS 2000[1)])

Этап	Мощность, Вт	Время, мин
1	250	3:00
2	630	5:00
3	500	22:00
4	0	15:00

Если используемая печь содержит контроль давления только в одном сосуде, находящемся под давлением, то следует контролировать сосуд с предположительно самым высоким давлением. Таким сосудом обычно является сосуд с массой сухого вещества с самым большим введенным количеством пробы.

При разложении неизвестных образцов нужно соблюдать осторожность, так как слишком большие объемы образца могут вызвать повреждение защитного покрытия сосуда. Например, образцы с высоким содержанием углерода (особенно сахар, жир и/или этанол) могут вызвать внезапные скачки давления во время процесса озоления. Во всех случаях вводимое количество пробы должно строго соответствовать рекомендациям изготовителей.

[1] CEM MDS 2000 — торговая марка продукта, поставляемого CEN; абонентский ящик: 200, Мэтьюс, Северная Каролина, 28106-200, США. Данная информация представлена исключительно для удобства пользователей настоящего Европейского стандарта и не указывает на одобрение CEN названного продукта.

6.3 Разведение

Извлекают сосуды из микроволновой печи и прежде чем открывать, необходимо дать сосудам полностью остыть. После открытия ополаскивают водой крышку и стенки сосуда, собирая промывную воду в сосуд. В пластиковой бутылке (5.6) доводят содержимое водой до определенного объема, не менее 25 $см^3$. Обрабатывают холостую пробу таким же образом.

6.4 ААС

6.4.1 Общие положения

Выбор используемого метода — пламенной ААС или ААС с использованием графитовой печи — зависит от концентрации анализируемого металла. Для определения содержания свинца и кадмия в пищевых продуктах в большинстве случаев требуется ААС с использованием графитовой печи. Цинк, медь и железо нужно проанализировать посредством пламенной ААС.

Примеры длин волн, газосмесительных/температурных программ и других инструментальных параметров, приемлемых для каждого конкретного металла, можно найти в инструкциях к данным инструментам. Всегда используют коррекцию фона, если нет доказательств того, что ее применение не требуется

При использовании метода стандартных добавок измерения осуществляются в линейном диапазоне. Кривая стандартных добавок должна состоять, по крайней мере, из трех точек, из которых, как минимум, две представляют стандартные добавки. Максимальная концентрация стандарта должна быть в 3−5 раз больше концентрации в растворе образца. Концентрация стандарта с более низкой концентрацией должна составлять 50 % от концентрации в стандарте с максимальной концентрацией.

6.4.2 Пламенная ААС

Разбавить раствор образца азотной кислотой 1 + 1 $c \approx 0{,}1$ моль/ $дм^3$ (4.2.1). Разбавить стандартные растворы азотной кислотой 1 + 1 $c \approx 3$ моль/ $дм^3$ (4.2.2). Остальные растворы необходимо разбавлять азотной кислотой $c \approx 0{,}1$ моль/л (4.2.1). Высокая концентрация кислоты в растворе с образцом после разложения негативно влияет как на результат, так и на сам инструмент, поэтому важно, чтобы раствор был разбавлен как можно сильнее, и чтобы у раствора образца и стандартного раствора была одинаковая концентрация кислоты. После этого содержание цинка и меди, как правило, можно определить по стандартной калибровочной кривой.

На определение содержания железа могут сильно повлиять искажения, вызываемые матрицей, поэтому нужно использовать либо метод стандартных добавок, либо стандартную кривую, соответствующую матрице. В случае сильных искажений альтернативным решением может стать использование окислительного пламени закиси азота. Таблица 2 содержит примеры инструментальных параметров для пламенной ААС.

Т а б л и ц а 2 − Инструментальные параметры для пламенной ААС

Металл	Пламя	Длина волны, нм
Цинк	Ацетилено-воздушное, окислительное	213,9
Медь	-"-	324,7
Железо	-"-	248,3

6.4.3 ААС с использованием графитовой печи

Данная техника в основном используется для определения содержания свинца и кадмия. Использовать трубки с пиролитическим покрытием и платформами. Поскольку микроволновое разложение в результате приводит к довольно большим разведениям пробы, можно использовать графитовую печь при определении, например, меди.

Настроить автоматический пробоотборник так, чтобы в графитовую печь доставлялся конкретный объем образца. Благодаря этому фоновая абсорбция не превысит 0,5 единиц абсорбции (что является высотой пика). Увеличить абсорбцию при очень низких концентрациях вещества можно путем многократного ввода данного вещества. В таблице 3 представлены примеры инструментальных параметров, применимых для инструмента Perkin Elmer/HGA 600[2].

Оценивают новые матрицы при помощи кривых зольности/атомизации, чтобы оптимизировать параметры ААС с использованием графитовой печи.

Примечание − Частные лаборатории могут использовать модификаторные матрицы. Для ознакомления с их функциями при определении свинца и кадмия см. 4.7 EN 14083:2003.

Таблица 3 − Инструментальные параметры для ААС с графитовой печью при вводимом объеме в 20 µl.

Металл	Длина волны, нм	Параметр	Этап 1	Этап 2	Этап 3	Этап 4
Свинец	283,3	Температура, °С	130	450	1900	2500
		Изменение, с	10	15	0	2
		Удержание, с	30	10	4	2
Кадмий	228,8	Температура, °С	130	350	1200	2500
		Изменение, с	10	15	0	2
		Удержание, с	30	10	4	2

Всегда использовать метод стандартных добавок, если нет доказательств того, что его применение не требуется.

Упрощенная версия метода стандартных добавок подразумевает использование стандартной кривой, соответствующей матрице и применимой к образцам с такой же матрицей и весом. Раствор образца и стандартный раствор смешиваются друг с другом и используются для построения кривой для стандартных добавок. Затем данная кривая параллельно переносится к исходной точке и используется как стандартная кривая для образцов, которые впоследствии растворяются в аналогичных пропорциях. Таким образом, стандарт, соответствующий матрице, и раствор с образцом будут иметь одну и ту же матричную концентрацию. Такая функция часто присутствует в программном обеспечении современных оборудовании ААС.

[2] «Perkin Elmer/HGA 600» — торговая марка продукта, поставляемого компанией «Perkin Elmer», 761 Main Avenue, Норуолк, Коннектикут, 06859-0226, США. Данная информация представлена исключительно для удобства пользователей настоящего Европейского стандарта и не указывает на одобрение CEN названного продукта.

7 Вычисления

7.1 Общие положения

При использовании метода атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи аналитический сигнал измеряют по площади пика абсорбции, а в случае применения метода пламенной атомно-абсорбции используют регистрацию непрерывного сигнала. Измерение концентрации элемента производят по установленной градуировочной зависимости.

Рассчитывают содержание элемента по следующей формуле

$$w = \frac{(a-b)\cdot V}{m} \qquad (1)$$

где w – массовая доля определяемого элемента в образце, мг/кг;

a – концентрация определяемого элемента в испытуемом растворе, мг/дм^3;

b −средняя концентрация определяемого элемента в холостых растворах, мг/дм^3,

V − объем испытуемого раствора, см^3;

m − навеска образца, г.

В случае, когда значение (a – b) оказывается меньше предела обнаружения в испытуемом растворе (см. 7.2), то значение (a – b) заменяют значением предела обнаружения в испытуемом растворе для расчета предела обнаружения в образце.

При разбавлении пробы учитывают фактор разведения.

В случае необходимости проводят пересчет результата на исходный продукт с учетом содержания сухих веществ в образце. Результат указывают с подходящим количеством значащих цифр вещества.

7.2 Предел обнаружения и предел измерения

Необходимо оценить пределы обнаружения и предел измерения для каждого элемента в соответствии EN 13804, принимая во внимание стандартное отклонение, выявленное при долгосрочной оценке.

8 Точность

8.1 Общие положения

Данный метод был протестирован только на сухих материалах, но при определенных условиях его можно использовать и для образцов, содержащих воду (см. 6.2). Подробности результатов межлабораторного исследования обобщены в приложении А. Значения, полученные в межлабораторных испытаниях, не могут применяться для других, не указанных интервалов концентраций и матриц.

8.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами испытаний, полученными при помощи одного и того же испытательного метода, на одном и том же испытательном материале, в одной лаборатории, одним лаборантом, использующим одно и то же оборудование, в пределах короткого промежутка

времени, не должно превышать предел повторяемости r, указанный в таблице 4, более чем в 5 % случаев.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами испытаний, полученных при помощи одного и того же испытательного метода, на одном и том же испытательном материале, в разных лабораториях, различными лаборантами, использующими разное оборудование, не должно превышать предел воспроизводимости R, указанный таблице 3, более чем в 5 % случаев.

Таблица 4 – Средние значения, пределы повторяемости и воспроизводимости

Металл	Образец	$\bar{x}$ (мг/кг)	r (мг/кг)	R (мг/кг)
Свинец	Составные диеты CRM E/F[a]	0,39	0,18	0,27
	Бычья мышечная ткань CRM NIST №8414	0,40		0,24
	Рыбный фарш	0,48		0,36
	Грибы CRM [b]	1,62		0,73
Кадмий	Ткань печени	0,164	0,070	0,094
	Пшеничные отруби	0,17	0,022	0,063
	Составные диеты CRM E/F[a]	0,76	0,14	0,29
	Бычья мышечная ткань CRM NIST №8414	0,012		0,010
	Рыбный фарш	0,21		0,099
	Грибы CRM [b]	0,48		0,15
Цинк	Молочный порошок	35,3		9,1
	Ткань печени	182	7,9	25
	Пшеничные отруби	73,5	7,1	9,9
	Составные диеты CRM E/F[a]	47,8	5,4	7,1
	Бычья мышечная ткань CRM NIST №8414	147		7,0
	Рыбный фарш	4,5		1,2
	Грибы CRM [b]	56,9		8,4
Медь	Молочный порошок	0,58		0,44
	Ткань печени	108	9,3	12
	Пшеничные отруби	10,3	2,1	2,9
	Составные диеты CRM E/F[a]	63,4	2,7	5,3
	Бычья мышечная ткань	2,9		1,1
	Рыбный фарш	0,25		0,20
	Грибы CRM [b]	37,7		6,0
Железо	Ткань печени	484	75	90
	Пшеничные отруби	124	15	30
	Составные диеты CRM E/F[a]	303	34	48
	Бычья мышечная ткань	73		14
	Рыбный фарш	7,6		3,9
	Грибы CRM [b]	104		24

[a] См. [2].

[b] См. [3].

9 Отчет об испытании

В отчете по испытаниям должны содержаться следующие данные:

a) информация, необходимая для идентификации пробы;

b) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

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

d) даты отбора пробы и процедуры выборочного контроля;

e) дата завершения анализа;

f) были ли выполнены требования по пределу повторяемости;

g) все подробности о процессе исследований, не указанные в настоящем стандарте или рассмотренные в качестве дополнительных, а также подробности о любых инцидентах, произошедших в ходе осуществления метода и способных повлиять на результат(ы) испытаний.

Приложение А
(информационное)

Результаты межлабораторного исследования

Точность метода была установлена NMKL [1], [6] и подтверждена межлабораторным исследованием, оцененным в соответствии с «Руководящими принципами для совместных исследовательских процедур» AOAC [4]. Результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 − Статистические результаты межлабораторных тестов

		Образец						
Элемент	Параметр	Молочный порошок[a]	Ткань печени[a]	Пшеничные отруби[a]	Составная диета E/F	Бычья мышечная ткань	Рыба	Грибы
Свинец	Количество лабораторий	12	12	12	12	12	12	12
	Количество выбросов	2	1	0	0	2	0	0
	Количество лабораторий после удаления выбросов	10	11	12	12	10	12	12
	Среднее значение x (мг/кг)	0,005	0,13	0,16	0,39	0,40	0,48	1,62
	Повторяемость – среднее квадратическое отклонение s_r (мг/кг)	-	0,05	0,09	0,06	–	–	–
	RSD_r (%)	-	37	57	16	–	–	–
	Предел повторяемости r (мг/кг)	-	0,14	0,25	0,18	–	–	–
	Воспроизводимость - среднее квадратическое отклонение s_R (мг/кг)	0,019	0,06	0,09	0,10	0,09	0,13	0,26
	RSD_R (%)	381	42	59	25	22	27	16
	Предел воспроизводимости R (мг/кг)	0,052	0,15	0,26	0,27	0,24	0,36	0,73
	Значение Горвица для R	36	22	21	18	18	18	15
	Индекс Горвица для R	11	1,9	2,8	1,4	1,2	1,5	1,1
Кадмий	Количество лабораторий	13	13	13	13	13	12	13
	Количество выбросов	2	0	2	1	1	0	2
	Количество лабораторий после удаления выбросов	11	13	11	12	12	12	11

Продолжение таблицы А.1

		Образец						
Элемент	Параметр	Молочный порошок[a]	Ткань печени	Пшеничные отруби	Составная диета E/F	Бычья мышечная ткань	Рыба	Грибы
	Среднее значение *x* (мг/кг)	0,000	0,164	0,171	0,764	0,012	0,211	0,482
	Повторяемость – сред-нее квадратическое отклонение s_r (мг/кг)	–	0,025	0,008	0,050	–	–	–
	RSD_r (%)	–	15	4,6	6,5	–	–	–
	Предел повторяемости *r* (мг/кг)	–	0,070	0,022	0,14	–	–	
	Воспроизводимость - среднее квадратическое отклонение s_R (мг/кг)	0,003	0,034	0,022	0,105	0,003	0,035	0,053
	RSD_R (%)	-8 392	20	13	14	28	17	11
	Предел воспроизводимости *R* (мг/кг)	0,009	0,094	0,063	0,294	0,010	0,099	0,149
	Значение Горвица для *R*	–	21	21	17	31	20	18
	Индекс Горвица для *R*	–	1,0	0,6	0,8	0,9	0,8	0,6
Цинк	Количество лабораторий	14	14	14	14	14	13	14
	Количество выбросов	0	2	1	1	3	0	0
	Количество лабораторий после удаления выбросов	14	12	13	13	11	13	14
	Среднее значение *x* (мг/кг)	35,3	182	73,5	47,8	147,3	4,5	56,9
	Повторяемость – среднее квадратическое отклонение s_r (мг/кг)	–	2,8	2,5	1,9	–	–	–
	RSD_r (%)	–	1,6	3,4	4,0	–	–	–
	Предел повторяемости *r* (мг/кг)	–	7,9	7,1	5,4	–	–	–
	Воспроизводимость - среднее квадратическое отклонение s_R (мг/кг)	3,3	9	3,5	2,5	2,5	0,43	3,0

Продолжение таблицы А.1

			Образец					
Элемент	Параметр	Молочный порошок[a]	Ткань печени	Пшеничные отруби	Составная диета E/F	Бычья мышечная ткань	Рыба	Грибы
	RSD_R (%)	9,3	4,8	4,8	5,3	1,7	9,7	5,3
	Предел воспроизводимости *R* (мг/кг)	9,1	25	9,9	7,1	7,0	1,2	8,4
	Значение Горвица для *R*	9	7	8	9	8	13	9
	Индекс Horrat, R	1,0	0,7	0,6	0,6	0,2	0,8	0,6
Медь	Количество лабораторий	14	14	14	14	14	13	14
	Количество выбросов	3	0	0	2	0	0	0
	Количество лабораторий после удаления выбросов	11	14	14	12	14	13	14
	Среднее значение *x* (мг/кг)	0,58	108	10,3	63,4	2,89	0,254	37,7
	Повторяемость – среднее квадратическое отклонение s_r (мг/кг)	–	3,3	0,75	1,0	–	–	–
	RSD_r (%)	–	3,1	7,2	1,5	–	–	–
	Предел повторяемости *r* (мг/кг)	–	9,3	2,1	2,7	–	–	–
	Воспроизводимость - среднее квадратическое отклонение s_R (мг/кг)	0,16	4,1	1,06	1,9	0,42	0,071	2,2
	RSD_R (%)	27	3,8	10	3,0	14	28	5,7
	Предел воспроизводимости *R* (мг/кг)	0,44	12	2,92	5,3	1,15	0,199	6,0
	Значение Горвица для *R*	17	8	11	9	14	20	9
	Индекс Горвица для *R*	1,6	0,5	0,9	0,4	1,0	1,4	0,6
Железо	Количество лабораторий	13	13	13	13	13	12	13
	Количество выбросов	1	0	0	2	1	0	0
	Количество лабораторий после удаления выбросов	12	13	13	11	12	12	13

Окончание таблицы А.1

			Образец					
Элемент	Параметр	Молочный порошок[a]	Ткань печени	Пшеничные отруби	Составная диета E/F	Бычья мышечная ткань	Рыба	Грибы
	Среднее значение x (мг/кг)	3,3	484	124,2	303	73,0	7,6	103,8
	Повторяемость – среднее квадратическое отклонение s_r (мг/кг)	–	27	5,3	12	–	–	–
	RSD_r (%)	–	5,6	4,2	4,0	–	–	–
	Предел повторяемости r (мг/кг)	–	75	14,8	34	–	–	–
	RSD_r (%)	–	5,6	4,2	4,0	–	–	–
	Воспроизводимость - среднее квадратическое отклонение s_R (мг/кг)	1,6	32	10,6	17	5,0	1,4	8,5
	RSD_R (%)	47	6,7	8,6	5,7	6,9	18	8,2
	Предел воспроизводимости R (мг/кг)	4,4	90	29,8	48	14,1	3,9	23,7
	Значение Горвица для R	13	6	8	7	8	12	8
	Индекс Горвица для R	3,5	1,1	1,1	0,8	0,8	1,5	1,0

[a] Результаты показывают, что средняя концентрация находится ниже предела измерения данного метода.

Таблица А.2 — Сертифицированные значения

Металл	Сертифицированные стандартные образцы (CRM)	Вычисленные значения			Сертифицированные значения			Z-оценка[a]
		n	$\bar{x}$	s_R	n	$\bar{x}$	s_R	
Свинец	Составная диета E	12	0,287	0,055	10	0,273	0,024	0,8
	Составная диета F	12	0,501	0,127	9	0,439	0,034	1,6
	Грибы	12	1,62	0,26	6	1,43	0,10	2,2
	Бычья мышечная ткань	10	0,40	0,09		0,38	0,24[b]	
Кадмий	Составная диета E	12	0,580	0,088	13	0,536	0,051	1,5
	Составная диета F	12	0,948	0,119	11	0,877	0,074	1,7
	Грибы	11	0,482	0,053	7	0,437	0,033	2,2
	Бычья мышечная ткань	12	0,012	0,003		0,013	0,011	
Цинк	Составная диета E	13	39,6	3,0	8	39,5	4,0	0,1
	Составная диета F	13	56,0	1,9	8	55,8	5,0	0,1
	Грибы	14	56,9	3,0	8	55,0	2,4	1,6
	Бычья мышечная ткань	11	147	2		142	14	
Медь	Составная диета E	12	49,8	1,9	9	46,5	1,8	4,1
	Составная диета F	12	77,0	1,9	8	72,7	1,2	6,2
	Грибы	14	37,7	2,2	9	34,4	4,5	2,0
	Бычья мышечная ткань	14	2,89	0,41		2,84	0,45	
Железо	Составная диета E	11	232	16	9	216	20	1,9
	Составная диета F	11	374	19	9	349	24	2,5
	Грибы	13	104	8	6	101	10	0,6
	Бычья мышечная ткань	12	73,0	5,0		71,2	9,2	

[a] Z−оценка дана в соответствии с процедурой NMKL № 9 [5].

[b] Доверительный интервал — 95%.

Библиография

[1] Jorhem L. and Engman J. Determination of Lead, Cadmium, Zinc, Copper and Iron in Foods By Atomic Absorption Spectrometry after Microwave Digestion: NMKL Collaborative study. (2000). J. Assoc. Off. Anal. Chem. Int. 83, 1189-1203. (Jorhem L. and Engman J. Определение содержания свинца, кадмия, цинка, меди и железа в пищевых продуктах с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии после микроволнового разложения.

[2] Jorhem L., Slorach S., Engman J., Schröder T. and Johansson M. The establishment of certified concentrations of thirteen elements in six simulated diet reference materials. SLV Rapport 4/1995. National Food Administration, Box 622, SE-751 26 Uppsala, Sweden. (Jorhem L., Slorach S., Engman J., Schroder T. и Johansson M. Установка сертифицированных концентраций для тринадцати элементов в шести моделируемых стандартных диетических материалах.

[3] Jorhem L. and Schröder T. Characterisation of a fungus reference material, and a guide for use. (1995) Zeitschrift für Lebensmittel Untersuchung und Forschung. 201: 317. (Jorhem L. и Schroder T. Характеристика стандартного материала грибов и руководство по эксплуатации.

[4] AOAC International. Guidelines for Collaborative Study Procedures to Validate Characteristics of a Method of Analysis. (1995) J. Assoc. Off. Anal. Chem. Int. 78, 143A-160A.(AOAC International. Руководящие принципы для совместных исследовательских процедур по утверждению характеристик аналитического метода.

[5] NMKL Procedure No. 9. Evaluation of results derived from the analysis of certified reference materials. (2001). Nordic Committee on Food Analysis. C/o National Veterinary Institute, Box 8156 Dep., 0033 Oslo, Norway. (Процедура NMKL № 9. Оценка результатов анализа сертифицированных стандартных материалов.

[6] Determination by atomic absorption spectrometry after wet digestion in a microwave oven. (Метод NMKL № 161, 1998 г.: Металлы. Определение содержания с помощью атомной абсорбционной спектрометрии после мокрого озоления в микроволновой печи).

Приложение Д.А
(информационное)

Сведения о соответствии межгосударственного стандарта ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А – Сведения о соответствии межгосударственного стандарта ссылочным международным стандартам

Обозначение и наименование международного стандарта, международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 13804:2002 Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation	IDT	ГОСТ EN 13804–2013 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб

УДК 664:577.118:546:006.354 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС), определение следовых элементов, пламенная ААС, ААС с использованием графитовой печи

gost.e-ecolog.ru