МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15505— 2013

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Определение натрия и магния с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной минерализацией пробы в микроволновой печи

(EN 15505:2008, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 – 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык европейского регионального стандарта, указанного в пункте 4

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июня 2013 г. № 57- П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15505:2008 Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of sodium and magnesium by flame atomic absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Определение натрия и магния с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной минерализацией пробы в микроволновой печи).

Стандарт EN 15505:2008 разработан техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы», секретариатом которого считается DIN.

Перевод с английского языка (en).

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

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

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2013 г. № 1295-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15505-2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

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 натрия и магния с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной минерализацией пробы в микроволновой печи

Foodstuffs.
Determination of trace elements.
Determination of sodium and magnesium by flame atomic absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion

Дата введения – 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения натрия и магния в пищевых продуктах с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) с предварительной минерализацией пробы в микроволновой печи.

Метод прошел валидацию путем межлабораторных испытаний (см. Приложение А). Метод пригоден для определения натрия при его содержании в пробе не менее 1500 мг/кг и магния при его содержании в пробе не менее 250 мг/кг. В приложении В содержится справочная информация, касающаяся определения кальция. Метод не применим в отношении пшеничных отрубей.

2 Нормативные ссылки

Приведенные ниже ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего стандарта. Датированные ссылки предполагают возможность использования только указанного издания документа. В случае недатированных ссылок используют последнее издание документа, включая все дополнения.

EN 13804 Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб).

EN 13805 Foodstuffs – Determination of trace elements – Pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении)

3 Сущность метода

Метод основан на минерализации проб в закрытых сосудах в микроволновой печи смесью азотной кислоты и перекиси водорода с последующим разбавлением полученного раствора водой и количественным определением натрия и магния с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) с использованием модификаторов матрицы.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Применение настоящего стандарта предусматривает использование опасных веществ, материалов, процедур и оборудования. В задачи настоящего стандарта не входит решение проблем, связанных с обеспечением безопасности при его применении. Ответственность за принятие надлежащих мер предосторожности и соблюдение правил техники безопасности лежит на пользователе настоящего стандарта.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Для проведения испытания используют только реактивы и воду с содержанием определяемых элементов на достаточно низком уровне, не влияющем на результаты испытания. В качестве основных стандартных растворов определяемых элементов рекомендуется использовать аттестованные стандартные образцы.

4.2 Кислота азотная

4.2.1 Кислота азотная массовой долей не менее 65 %, плотностью около 1,4 г/см^3

При неудовлетворительной чистоте азотную кислоту очищают перегонкой в дистилляционном аппарате, описанной в EN 13805.

4.2.2 Кислота азотная, раствор I массовой долей w = 2,7 %

Раствор готовят разбавлением 42 см^3 азотной кислоты по 4.2.1 водой до объема 1000 см^3.

4.2.3 Кислота азотная, раствор II массовой долей w = 0,65 %

Раствор готовят смешиванием азотной кислоты по 4.2.1 с водой в объемном соотношении 1 : 99.

4.3 Кислота соляная массовой долей 37 %.

4.4 Водорода перекись массовой долей 30 %.

4.5 Цезий хлористый, раствор для использования при анализе методом ААС

Хлорид цезия массой 31,75 г растворяют в некотором количестве воды, объем полученного раствора доводят до 250 см^3.

Срок годности раствора при хранении в холодильнике – не менее 6 мес.

4.6 Лантан (III), раствор для использования при анализе методом ААС массовой концентрации лантана 50 г/дм^3

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 14,66 г оксида лантана (III), слегка смачивают добавлением 10 см^3 воды, после чего в стакан добавляют 62,5 см^3 соляной кислоты по 4.3. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, объем содержимого в колбе доводят до метки водой. Срок годности раствора при хранении в холодильнике – 1 мес.

4.7 Натрий, раствор

4.7.1 Натрий, основной раствор массовой концентрации ρ(Na) = 1000 мг/дм^3.

4.7.2 Натрий, стандартный раствор массовой концентрации ρ(Na) = 10 мг/дм^3

Раствор готовят разбавлением 1 см^3 основного раствора натрия по 4.7.1 до 100 см^3 раствором азотной кислоты массовой долей 2,7 % по 4.2.2 с использованием мерной колбы.

Срок годности раствора при хранении при комнатной температуре – 1 мес.

4.8 Магний, раствор

4.8.1 Магний, основной раствор массовой концентрации ρ(Mg) = 1000 мг/дм^3.

4.8.2 Магний, стандартный раствор массовой концентрации ρ(Mg) = 10 мг/дм^3

Раствор готовят разбавлением 1 см^3 основного раствора магния по 4.8.1 до 100 см^3 раствором азотной кислоты массовой долей 0,65 % по 4.2.3 с использованием мерной колбы.

Срок годности раствора при хранении при комнатной температуре – 1 мес.

5 Приборы и оборудование

5.1 Общие положения

Всю стеклянную и пластиковую посуду следует тщательно вымыть и ополоснуть в соответствии с процедурой, описанной в EN 13804.

5.2 Печь микроволновая лабораторная

Следует контролировать мощность микроволновой печи в соответствии с процедурой, описанной в EN 13804.

5.3 Спектрометр атомно-абсорбционный.

5.4 Источники резонансного излучения определяемых элементов

Для определения натрия и магния используют лампы с длинами волн резонансного излучения соответственно 599,0 и 285,2 нм.

5.5 Ацетилен

Используют ацетилен подходящей степени чистоты.

5.6 Система подачи воздуха.

6 Процедура проведения испытания

6.1 Подготовка пробы к испытанию

Лабораторную пробу гомогенизируют в соответствии с рекомендациями EN 13804. При необходимости пробу высушивают способом, не влияющим на содержание определяемого элемента, например, с помощью сублимационной сушки.

6.2 Приготовление раствора пробы для анализа

Раствор пробы для определения натрия и магния готовят путем минерализации пробы в микроволновой печи в соответствии с EN 13805.

6.3 Разбавление раствора пробы для анализа

Для определения магния к отобранной пипеткой аликвоте раствора пробы подходящего объема добавляют раствор лантана по 4.6. Полученный раствор разбавляют раствором азотной кислоты по 4.2.3 массовой долей 0,65 % таким образом, чтобы массовая концентрация магния находилась в границах диапазона линейности измерений методом ААС для данного элемента. Типичный диапазон измерений для магния составляет от 0,05 до 0,4 мг/дм^3. При необходимости нижняя граница диапазона измерений может быть меньше, в зависимости от массовой концентрации магния в растворе пробы. Раствор лантана по 4.6 добавляют в объеме, необходимом для получения массовой концентрации лантана в растворе для измерений методом ААС 10 г/дм^3 (например, при разбавлении раствора пробы после минерализации до 10 см^3 добавляют 2 см^3 раствора лантана массовой концентрации 50 г/дм^3).

Для определения натрия к отобранной пипеткой аликвоте раствора пробы подходящего объема добавляют 1 см^3 раствора цезия по 4.5. Полученный раствор разбавляют раствором азотной кислоты по 4.2.2 массовой долей 2,7 % таким образом, чтобы массовая концентрация натрия находилась в границах диапазона линейности измерений методом ААС для данного элемента. Типичный диапазон измерений для натрия составляет от 0,1 до 1,0 мг/дм^3. При необходимости нижняя граница диапазона измерений может быть меньше, в зависимости от массовой концентрации натрия в растворе пробы.

6.4 Приготовление градуировочных растворов

Готовят градуировочные растворы натрия массовыми концентрациями 0,1, 0,25, 0,5, 0,75 и 1,0 мг/дм^3. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят соответственно 0,5, 1,25, 2,5, 3,75 и 5,0 см^3 стандартного раствора натрия по 4.7.2. В каждую колбу добавляют по 1 см^3 раствора цезия по 4.5, объем содержимого в колбах доводят до метки раствором азотной кислоты I по 4.2.2. Градуировочные растворы готовят в день проведения анализа.

Готовят градуировочные растворы магния массовыми концентрациями 0,05, 0,1, 0,2 и 0,4 мг/дм^3. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят соответственно 0,25, 0,5, 1,0 и 2,0 см^3 стандартного раствора магния по 4.8.2. В каждую колбу добавляют по 10 см^3 раствора лантана по 4.6 массовой концентрации 50 г/дм^3, объем содержимого в колбах доводят до метки раствором азотной кислоты II по 4.2.3. Градуировочные растворы готовят в день проведения анализа.

6.5 Параметры работы атомно-абсорбционного спектрометра

Настройку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в день проведения испытания в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Для определения натрия устанавливают длину волны 589,0 нм и ширину оптической щели 0,2 нм. Для определения магния устанавливают длину волны 285,2 нм и ширину оптической щели 0,7 нм.

7 Обработка результатов

Содержание натрия и магния в пробе w, мг/кг, рассчитывают по формуле

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

где a – массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мг/дм^3;

V – объем раствора пробы после минерализации, см^3;

F – коэффициент, учитывающий кратность разбавления раствора пробы после минерализации;

m – масса анализируемой пробы, г.

При необходимости результат испытания корректируют с учетом результатов холостого опыта путем вычитания массовой концентрации элемента в холостом растворе из массовой концентрации элемента в растворе пробы.

8 Прецизионность

8.1 Общие положения

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении А. Значения метрологических характеристик, полученные в результате межлабораторных испытаний, могут быть не применимы к другим содержаниям аналита и другим типам матриц, чем те, что указаны в данном приложении.

8.2 Повторяемость и воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним операто-

ром с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости *r*, значения которого приведены в таблице 1 и таблице 2, более чем в 5 % случаев.

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования не должно превышать предел воспроизводимости *R*, значения которого приведены в таблице 1 и таблице 2, более чем в 5 % случаев.

Т а б л и ц а 1 – Среднеарифметические значения ($\overline{x}$) содержания натрия и соответствующие им пределы повторяемости (*r*) и воспроизводимости (*R*)

Проба	$\overline{x}$, мг/кг	*r*, мг/кг	*R*, мг/кг
Брокколи	2290	210	320
Морковь	3540	330	420
Хлеб пшеничный	6260	570	1040
Филе сайды	2030	210	350
Свинина	1480	77	280
Сыр	5380	980	1040

Т а б л и ц а 2 – Среднеарифметические значения ($\overline{x}$) содержания магния и соответствующие им пределы повторяемости (*r*) и воспроизводимости (*R*)

Проба	$\overline{x}$, мг/кг	*r*, мг/кг	*R*, мг/кг
Имитант пищевого продукта (*D*)	665	70	129
Имитант пищевого продукта (*F*)	618	76	120
Молоко сухое сублимационной сушки	859	51	111
Рыбный фарш сублимационной сушки	749	50	144
Яблоки сушеные	251	15	32
Пирожное шоколадное сушеное	284	16	32

9 Протокол испытаний

Протокол результатов испытаний должен содержать следующие сведения:

a) всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

b) указание использованного метода испытания с ссылкой на настоящий стандарт;

c) результаты испытания с указанием единиц измерения;

d) дату окончания проведения испытания;

e) указание на то, был ли соблюден предел повторяемости;

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

Приложение А
(справочное)
Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода установлена в результате межлабораторных испытаний, организованных Северным комитетом по анализу пищевых продуктов (NMKL) в соответствии с [1]. Испытания по определению натрия проведены в 2003 г., по определению магния – в 1995 г. Результаты испытаний приведены в таблицах А.1 – А.3.

В межлабораторных испытаниях по определению натрия в пищевых продуктах методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной кислотной минерализацией пробы в микроволновой печи принимали участие 9 лабораторий [2]. Метод апробирован на шести видах матриц (брокколи, морковь, пшеничный хлеб, филе сайды, свинина, сыр), в которых содержание натрия варьировало в диапазоне от 1480 до 8260 мг/кг. Лаборатории-участники испытаний получали по две идентичных слепых пробы каждого продукта, каждая проба анализировалась в одной повторности. Наибольшее относительное стандартное отклонение воспроизводимости получено для сыра, который был единственным влажным продуктом в данных испытаниях.

Таблица А.1 – Статистические результаты определения натрия в пробах продуктов сублимационной сушки

Наименование показателя	Проба					
	Брокколи	Морковь	Пшеничный хлеб	Филе сайды	Свинина	Сыр*
Количество лабораторий-участников	9	8	9	9	9	9
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	9	8	9	9	8	7
Количество выбросов (лабораторий)	0	0	0	0	1	2
Среднее значение $\bar{x}$, мг/кг	2289	3540	8260	2030	1480	5380
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/кг	70	120	200	80	30	350
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	3,3	3,3	2,5	3,8	1,9	6,5
Предел повторяемости r, мг/кг	210	330	570	210	77	980
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мкг/кг	110	150	370	120	100	370
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_r, %	5,0	4,2	4,4	6,1	6,7	6,9
Предел воспроизводимости R, мг/кг	320	420	1040	350	280	1040
Значение индекса Горвица	1,0	0,9	1,1	1,2	1,3	1,6
* Проба в натуральном виде.						

В межлабораторных испытаниях по определению магния в пищевых продуктах методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с предварительной кислотной минерализацией пробы в микроволновой печи принимали участие 11 лабораторий [3]. Метод апробирован на семи видах матриц (пшеничные отруби, имитанты пищевых продуктов *D* и *F*, сухое молоко, рыбный фарш, сушеные яблоки и шоколадное пирожное), в которых содержание магния варьировало в диапазоне от 251 до 4120 мг/кг. Лаборатории-участники испытаний получали по две идентичных слепых пробы каждого продукта, каждая проба анализировалась в одной повторности. Наибольшее относительное стандартное отклонение воспроизводимости получено для пшеничных отрубей.

Т а б л и ц а А.2 – Статистические результаты определения магния в пробах продуктов сублимационной сушки

Наименование показателя	Проба						
	Отруби пшеничные*	Имитант пищевого продукта (*D*)	Имитант пищевого продукта (*F*)	Сухое молоко	Рыбный фарш	Сушеные яблоки	Шоколадное пирожное
Количество лабораторий-участников	11	11	11	11	11	11	11
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	11	11	10	11	10	10
Количество выбросов (лабораторий)	0	0	0	1	0	1	1
Среднее значение $\overline{x}$, мг/кг	4120	665	618	859	749	251	284
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/кг	190	25	27	18	18	5	6
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	4,7	3,8	4,4	2,1	2,4	2,1	2,0
Предел повторяемости r, мг/кг	540	70	76	51	50	15	16
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	530	46	43	39	51	11	11
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_r, %	13	6,9	6,9	4,6	6,8	4,5	4,0
Предел воспроизводимости R, мкг/кг	1490	129	120	111	144	32	32
Значение индекса Горвица	2,8	1,2	1,2	0,8	1,2	0,73	0,58
* Не включены в область применения стандарта.							

Результаты испытаний аттестованных образцов сравнения в испытаниях, предшествовавших межлабораторным испытаниям, приведены в таблицах А.3 и А.4. Значения показателя Z рассчитаны в соответствии с процедурой № 9 NMKL [4].

Т а б л и ц а А.3 – Результаты определения натрия в аттестованных образцах сравнения (n = 8)

Наименование пробы	Результат испытания, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, мг/кг	Аттестованное значение, мг/кг	Значение показателя Z
Печень говяжья (NIST 1577b)	2220 (n = 8)	240	2420	– 1,6
Молоко сухое обезжиренное (NIST 1549)	4720 (n = 8)	240	4970	– 2,1

Т а б л и ц а А.4 – Результаты определения магния в аттестованных образцах сравнения (n = 9)

Наименование пробы	Результат испытания, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, мг/кг	Аттестованное значение, мг/кг	Значение показателя Z
Мышечная ткань устриц (NIST 1566b)	1180	79	1180	0
Мука пшеничная (NIST 1549)	390	20	400	– 1,0
Имитант пищевого продукта (D	665	46	676	– 0,3
Имитант пищевого продукта (F)	618	43	647	– 0,9

Стандартные образцы сравнения (NIST 1577 b и NIST 1549) были использованы в испытаниях, предшествовавших межлабораторным испытаниям, а аттестованные образцы сравнения (имитанты пищевых продуктов *D* и *F*, предоставленные Шведской национальной администрацией по пищевым продуктам), были использованы в межлабораторных испытаниях.

Приложение В
(справочное)
Дополнительная информация по определению кальция

В.1 Определение кальция

В.1.1 Связь с основной частью настоящего стандарта при определении кальция

Метод определения кальция во многом идентичен методу определения натрия и магния. Текст пункта В.1.2 связан с основной частью настоящего стандарта и содержит указания на некоторые отличия процедуры определения кальция.

В.1.2 Сущность метода (см. раздел 3 настоящего стандарта)

В.1.2.1 Общие положения

Метод основан на минерализации проб в закрытых сосудах в микроволновой печи смесью азотной кислоты и перекиси водорода с последующим разбавлением полученного раствора водой и количественным определением натрия, магния и кальция с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) с использованием модификаторов матрицы.

В.1.2.2 Кальций, растворы

В.1.2.2.1 Кальций, основной раствор массовой концентрации $\rho(Ca) = 1000$ мг/дм^3.

В.1.2.2.2 Кальций, стандартный раствор массовой концентрации $\rho(Ca) = 10$ мг/дм^3

Раствор готовят разбавлением 1 см^3 основного раствора кальция по В.1.2.2.1 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 раствором азотной кислоты массовой долей 0,65 % по 4.2.3.

Срок годности раствора при хранении при комнатной температуре – 1 мес.

В.1.2.3 Источник резонансного излучения определяемого элемента (см. 5.4)

Для определения кальция используют лампу с длиной волны резонансного излучения 422,7 нм.

В.1.2.4 Приготовление раствора пробы для анализа (см. 6.2)

Раствор пробы для определения кальция готовят в соответствии с EN 13805.

В.1.2.5 Разбавление раствора пробы для анализа (см. 6.3)

Для определения кальция к отобранной пипеткой аликвоте раствора пробы подходящего объема добавляют раствор лантана по 4.6 массовой концентрации 50 г/дм^3. Полученный раствор разбавляют раствором азотной кислоты по 4.2.3 массовой долей 0,65 % таким образом, чтобы массовая концентрация кальция находилась в границах диапазона линейности измерений методом ААС для данного элемента. Типичный диапазон измерений для кальция составляет от 0,5 мг/дм^3 до 4,0 мг/дм^3. При необходимости нижняя граница диапазона измерений может быть меньше, в зависимости от массовой концентрации кальция в растворе пробы после минерализации. Раствор лантана по 4.6 добавляют в объеме, необходимом для получения массовой концентрации лантана в растворе для измерений методом ААС 10 г/дм^3 (например, при разбавлении раствора пробы после минерализации до 10 см^3 добавляют 2 см^3 раствора лантана массовой концентрации 50 г/дм^3).

В.1.2.6 Приготовление градуировочных растворов (см. 6.4)

Готовят градуировочные растворы кальция массовыми концентрациями 0,5, 1,0, 2,0 и 4,0 мг/дм^3. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят соответственно 2,5, 5,0, 10,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора кальция по В.1.2.2.2. В каждую колбу добавляют по 10 см^3 раствора лантана по 4.6 массовой концентрации 50 г/дм^3, объем содержимого в колбах доводят до метки раствором азотной кислоты II по 4.2.3. Градуировочные растворы готовят в день проведения анализа.

При определении кальция следует исключать влияние концентрации азотной кислоты в растворе пробы на результат испытания. Это может быть достигнуто одним из следующих способов.

а) градуировочные растворы готовят таким образом, чтобы массовая концентрация азотной кислоты в них была равна массовой концентрации азотной кислоты в растворе пробы.

б) проводят градуировку спектрометра методом стандартных добавок (добавления стандартного раствора в раствор пробы), при этом раствор, соответствующий нулевой точке градуировочного графика, готовят разбавлением 2 см^3 раствора лантана массовой концентрации 50 мг/дм^3 по 4.6 раствором азотной кислоты II по 4.2.3 в мерной колбе вместимостью 10 см^3.

В.2 Результаты межлабораторных испытаний при определении кальция

Прецизионность метода установлена в результате межлабораторных испытаний, организованных Северным комитетом по анализу пищевых продуктов (NMKL) в соответствии с [1]. Испытания по определению кальция проведены в 1995 г. Результаты испытаний приведены в таблицах В.1 – В.3.

Т а б л и ц а В.1 – Среднеарифметические значения ($\overline{x}$) содержания кальция и соответствующие им пределы повторяемости (r) и воспроизводимости (R)

Проба	$\overline{x}$, мг/кг	r, мг/кг	R, мг/кг
Молоко сухое сублимационной сушки	9450	940	1670
Рыбный фарш сублимационной сушки	3830	252	635

Т а б л и ц а В.2 – Статистические результаты определения кальция в пробах продуктов сублимационной сушки

Наименование показателя	Проба						
	Отруби пшеничные*	Имитант пищевого продукта (D)	Имитант пищевого продукта (F)	Сухое молоко	Рыбный фарш	Сушеные яблоки	Шоколадное пирожное
Количество лабораторий-участников	11	11	11	11	11	11	11
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	11	11	9	11	11	11	11
Количество выбросов (лабораторий)	0	0	2	0	0	0	0
Среднее значение $\overline{x}$, мг/кг	824	458	254	9450	3830	238	839
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/кг	48	23	12	245	86	19	63
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	5,5	4,7	4,3	3,6	2,4	7,8	7,3
Предел повторяемости r, мг/кг	128	61	30	940	253	52	172
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	157	104	38	600	227	53	166
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_r, %	19	23	15	6,3	5,9	22	20
Предел воспроизводимости R, мкг/кг	439	290	107	1670	635	149	465
Значение индекса Горвица	3,3	3,6	2,1	1,5	1,3	3,1	3,4
* Не включены в область применения стандарта.							

Т а б л и ц а В.3 – Результаты определения кальция в аттестованных образцах сравнения (n = 9)

Наименование пробы	Результат испытания, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, мг/кг	Аттестованное значение, мг/кг	Значение показателя Z
Мышечная ткань устриц (NIST 1566b)	1964	220	1960	+ 0,1
Мука пшеничная (NIST 1549)	152	28	191	– 2,2
Имитант пищевого продукта (D)	448	104	510	– 0,6
Имитант пищевого продукта (F)	254	38	262	– 0,5

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 13804 «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб»	IDT	ГОСТ EN 13804-2013 «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб»
EN 13805 «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении»	MOD	ГОСТ 31671-2012 «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении»

Библиография

[1] Guidelines for Collaborative Study Procedures to Validate Characteristics of a Method of Analysis (1995), J. AOAC Int., 78, 143 A – 160 A

[2] NMKL, no 180 (2005) Sodium; determination in foodstuffs by flame atomic absorption spectrometry after microwave digestion

[3] NMKL, no 147 (2003) Magnesium and calcium; determination in foodstuffs using flame atomic absorption spectrometry after microwave oven digestion

[4] NMKL, no 9 (2001) Evaluation of results derived from the analysis of certified reference materials

УДК 663/664:543.6:006.354 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: продукты пищевые, определение натрия, магния, кальция, метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии, минерализация пробы в микроволновой печи

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1754.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru