МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 13804–2013

Продукты пищевые
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ
Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб

(EN 13804:2002, IDT)

Издание официальное

Москва

Стандартинформ

2013

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 «Всероссийский научно-исследовательский институт консервной и овощесушильной промышленности» (ГНУ «ВНИИКОП»).

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 55-П от 25 марта 2013 г.)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. № 238-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 13804–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EH 13804:2002 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).

Перевод с английского языка (en)

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

Степень соответствия – идентичная (IDT).

6 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р ЕН 13804–2010

7 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, 2013

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

Содержание

1 Область применения
2 Нормативные ссылки
3 Термины и определения
4 Критерии эффективности методик выполнения измерений
5 Отбор проб
6 Подготовка проб
7 Специальные требования к определению следовых элементов
8 Обеспечение качества измерений в лаборатории
9 Представление результатов
10 Протокол испытаний
Библиография
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Продукты пищевые
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ
Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб

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

Дата введения[1] – 2014–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает критерии эффективности методик определения следовых элементов в пищевых продуктах и содержит общие положения и специальные требования к подготовке проб, приборам, оборудованию и реактивам для определения следовых элементов[2].

При выборе методики определения для данной матрицы (конкретного пищевого продукта) более предпочтительна методика, регламентированная специальным стандартом для данного продукта, чем методика, распространяющаяся на все пищевые продукты. При этом в задачи аналитика входит актуализация информации о действующих на текущий момент соответствующих специальных стандартах.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит отдельные положения из других документов, обозначенных приведенными в данном разделе нормативными ссылками. Все последующие изменения документов, обозначенных датированными ссылками, допустимо использовать только после внесения соответствую-

[1] Дату введения стандарта в действие на территории присоединившихся государств устанавливают их национальные органы по стандартизации

[2] Для целей применения настоящего стандарта под следовыми элементами следует понимать элементы, как правило, присутствующие в пробе в столь малых количествах, что их анализ требует учета дополнительных факторов, связанных с возможностью привнесения в пробу аналита или его потерь в степени, влияющей на результат испытания.

щих изменений в настоящий стандарт. Недатированные ссылки предполагают использование последнего издания документа, включая все изменения.

ИСО 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения]

ИСО 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

ИСО/МЭК 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **валидация методики** (method validation): Процедура получения совокупности данных, показывающих, что методика по обеспечиваемой ею правильности и прецизионности результатов приемлема для анализа конкретных аналитов и типов проб.

3.2 **прецизионность** (precision): Степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях

3.3 **повторяемость** (repeatability): Прецизионность в условиях повторяемости (ИСО 5725-1:1994)

3.4 **условия повторяемости** (repeatability conditions): Условия, при которых независимые результаты испытаний получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени (ИСО 5725-1:1994)

3.5 **воспроизводимость** (reproducibility): Прецизионность в условиях воспроизводимости

3.6 **условия воспроизводимости** (reproducibility conditions): Условия, при которых результаты испытаний получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования (ИСО 5725-1:1994)

3.7 **относительное стандартное отклонение повторяемости** (RSD_r) (relative within laboratory standard deviation): Характеристика прецизионности, относящаяся к рассеянию результатов в пределах одной лаборатории. Представляет собой стандартное отклонение, выраженное в процентах от среднего значения определения, полученного в условиях повторяемости. Расчет ведется по формуле

$$RSD_r = \frac{s_r}{x} \times 100\%. \qquad (1)$$

3.8 **относительное стандартное отклонение воспроизводимости** (RSD_R) (relative between laboratory standard deviation): Характеристика прецизионности, относящаяся к рассеянию результатов между лабораториями. Представляет собой стандартное отклонение, выраженное в процентах от среднего значения определения, полученного в условиях воспроизводимости. Расчет ведется по формуле

$$RSD_R = \frac{s_R}{x} \times 100\%. \qquad (2)$$

3.9 **индекс повторяемости Горвица** (*Horrat r index, Ho*$_r$) (Horrat index for repeatability): Фактическое значение RSD_r, деленное на расчетное значе-

ние RSD_R, определенное по уравнению Горвица и скорректированное с учетом того, что $r=0,66R$

3.10 **индекс воспроизводимости Горвица** (*Horrat R index, Ho_R*) (Horrat index for reproducibility): Фактическое значение RSD_R, деленное на расчетное значение RSD_R, определенное по уравнению Горвица*

3.11 **правильность** (trueness): Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов испытаний, к принятому опорному значению

3.12 **практичность** (practicability): Нестандартизованная характеристика процедуры анализа, зависящая от области применения методики, её производительности по количеству образцов и затрат на проведение анализа [9]

3.13 **применимость** (applicability): Перечень продуктов, по отношению к которым предполагаемая методика может быть применима в исходном виде или с незначительными изменениями [9]

3.14 **специфичность** (specificity): Способность методики избирательно определять аналит в присутствии других компонентов пробы [9]

3.15 **предел обнаружения** (limit of detection): Наименьшее содержание аналита, при котором он может быть обнаружен с приемлемой доверительной вероятностью. Предел обнаружения численно равен трехкратной величине стандартного отклонения среднего значения определения в холостом опыте ($n > 20$) [9]

3.16 **предел определения** (limit of quantification): Наименьшее содержание аналита, которое может быть количественно определено с приемлемой неопределенностью. Если значения характеристик правильности и прецизионности постоянны в диапазоне содержаний вблизи предела обнаружения, то предел определения численно равен шестикратной величине стандартного отклонения среднего значения определения в холостом опыте ($n > 20$) [9]

---

* Уравнение Горвица: W. Hortwitz. Evaluation of analytical methods for regulation of foods and drugs. Anal. Chem., 1982, 54, 67A–76A*

3.17 **образец сравнения** (reference material): Материал или вещество, достаточно однородное в отношении одной или нескольких надежно установленных характеристик, чтобы быть использованным при калибровке прибора, оценке методики выполнения измерений или приписыванию значений или характеристик материалам и веществам [4]

3.18 **аттестованный образец сравнения (стандартный образец)** (certified reference material): Сопровождающийся официальным свидетельством (сертификатом) образец сравнения, одна или несколько характеристик которого установлены по процедуре, связывающей их с точной реализацией соответствующей единицы измерения; каждое значение характеристики сопровождается значением неопределенности с указанным уровнем достоверности.

3.19 **холостая проба** (blank): Раствор, получаемый в результате проведения процедуры анализа без аналитической пробы

3.20 **лабораторная проба** (laboratory sample): Продукт в определенном количестве, содержащийся в том виде и состоянии, в котором он поступил в лабораторию для испытания

3.21 **аналитическая проба** (test sample): Часть лабораторной пробы, отобранная от нее, представительная по отношению к ней по химическому составу и подготовленная таким образом, чтобы быть пригодной для взятия навесок непосредственно для анализа.

3.22 **аналитическая навеска** (test portion): Представительное количество аналитической пробы, целиком используемое для проведения анализа.

3.23 **подготовка проб** (sample preparation): Операции, проводимые с лабораторной пробой с целью получения аналитической пробы. Например, выделение съедобной части (мойка, очистка, удаление видимых минеральных примесей, удаление внешних несъедобных оболочек), при необходимости – гомогенизация, высушивание или сублимационная сушка.

4 Критерии эффективности методик выполнения измерений

Приведенные в таблице 1 критерии эффективности методик даны с целью оказания помощи аналитикам в выборе подходящего метода для решения своих задач. При этом аналитик отвечает за правильность выбора метода. Выбранный метод должен пройти полную валидацию, то есть значения его метрологических характеристик должны базироваться на опубликованных официальных обобщенных результатах межлабораторных испытаний по показателям содержания следовых элементов, проведенных в соответствии с ИСО 5725-1, ИСО 5725-2 или [8].

Т а б л и ц а 1 – Критерии эффективности методик определения следовых элементов

Параметр методики	Характеристика параметра методики
Применимость	По возможности максимально исчерпывающая и представительная группа пищевых продуктов
Прецизионность	Значения индексов повторяемости и воспроизводимости Горвица (Ho_r и Ho_R), определенные в результате межлабораторных испытаний, не должны превышать 2 (отдельные организации могут оговаривать значения индексов Горвица менее 2)
Специфичность	Не допускается заметное влияние других компонентов пробы на результат анализа
Правильность	Оценивается путем испытаний стандартных образцов. Результат испытания (среднее арифметическое значение) должен находиться либо внутри доверительного интервала аттестованного значения (отлично), либо доверительные интервалы результата испытания и аттестованного значения должны частично налагаться друг на друга (приемлемо)
Предел определения	Достаточно низкий для измерения требуемых величин

5 Отбор проб

Способы отбора проб не включены в настоящий стандарт. Отобранные пробы должны быть представительны по отношению к исходному объекту контроля. Всякая процедура, связанная с взятием лабораторной пробы из исходного объекта, отбором части лабораторной пробы для приготовления аналитической пробы и хранением пробы оказывает влияние на надежность ре-

зультатов анализа. При отборе проб пищевых продуктов для определения следовых элементов необходимо соблюдать особые меры предосторожности для предотвращения загрязнения проб определяемыми элементами или их потерь при обращении с ними и их транспортировке.

6 Подготовка проб

6.1 Общие положения

Для подготовки проб используют обычные способы, обеспечивающие достаточную однородность (гомогенность) подготовленной пробы. При этом следует всеми возможными мерами предотвращать ее загрязнение определяемыми элементами при выполнении таких операций, как резка и измельчение.

6.2 Реактивы, приборы и оборудование

При подготовке проб не следует использовать какие либо реактивы, кроме воды. Для мойки некоторых образцов, например, овощей, можно использовать обычную водопроводную воду. Однако, в зависимости от цели испытания и определяемого элемента, может потребоваться использовать очищенную воду (см. 7.1). Ниже приведены примеры оборудования, необходимого для подготовки проб.

- кухонные принадлежности из нержавеющей стали или железа (например, хлебный нож, нож для резки мяса, нож для открывания консервных банок, ножницы), а также из пластика (например, ложки);
- пластиковая центрифуга для удаления воды после мойки салата;
- кухонный измельчитель;
- кофемолка;
- приспособление для резки овощей из нержавеющей стали
- сушильный шкаф;
- аппарат для сублимационной сушки с комплектом принадлежностей;
- гомогенизатор.

Любое оборудование, непосредственно контактирующее с материалом пробы, перед использованием следует очистить с применением горячей воды и моющего средства, после чего ополоснуть деионизованной водой.

Использование оборудования из нержавеющей стали или железа при подготовке проб для определения таких элементов, как хром, молибден, никель и железо может привести к загрязнению пробы определяемыми элементами. В этих случаях для измельчения и гомогенизации следует использовать специальное оборудование, такое как титановые или керамические ножи, агатовую ступку или шаровую мельницу.

Следует тщательно подходить к выбору модели гомогенизатора, обращая внимание на недопустимость потерь летучих компонентов пробы вследствие разогрева и загрязнения пробы определяемыми элементами при измельчении.

6.3 Хранение проб

Лабораторные и аналитические пробы следует хранить в условиях, препятствующих изменению их химического состава, например, в результате подсушивания, испарения материала пробы или его порчи. Аналитическую пробу следует готовить из лабораторной пробы как можно быстрее.

Лабораторные пробы некоторых продуктов допускается хранить в течение нескольких лет в сухом виде, упакованными в пластиковые пакеты с зажимом или в герметично закрытые пластиковые контейнеры, при комнатной температуре в темном месте. Однако рекомендуется обеспечивать сохранность проб путем их замораживания или охлаждения.

Некоторые жирсодержащие продукты (например, мясо и мясные продукты) подвержены быстрой порче плесенями или гниению при хранении при комнатной температуре даже в сублимированном виде. Лабораторные пробы таких продуктов следует хранить глубоко замороженными.

6.4 Процедура подготовки проб

6.4.1 Общие положения

При анализе следовых элементов для испытания используют только съедобную часть продукта, и результаты испытания относят только к этой части. Для подготовки аналитической пробы необходимо использовать не менее 200 г съедобной части лабораторной пробы. При этом удаляют части продукта, обычно не используемые в пищу, например, внешние кроющие листья, скорлупу, кожу, кости. Также удаляют грубые поверхностные загрязнения, такие как почву, подгнившие части растений или листья. Для большинства образцов пищевых продуктов необходима более или менее интенсивная очистка, в зависимости от степени их загрязнения.

При мойке следует избегать эффекта вымывания веществ материала пробы с поверхностей срезов. Для исключения загрязнения пробы определяемыми элементами через водопроводную воду рекомендуется завершать мойку ополаскиванием деионизованной водой. Оставшейся на материале пробы воде дают стечь или удаляют ее промоканием мягкой тканью (например, в случае рыбы и грибов) или с использованием сепаратора (например, в случае овощей с морщинистой поверхностью).

6.4.2 Подготовка проб некоторых пищевых продуктов

Процедуры подготовки проб некоторых пищевых продуктов приведены в таблице 2

Таблица 2 – Процедуры подготовки проб некоторых пищевых продуктов

Пищевой продукт	Способ подготовки проб
Молоко	Тщательно перемешивают
Сыр	Отделяют восковую, лаковую или окрашенную корку, съедобную корку не отделяют
Яйца	Отделяют скорлупу
Мышечное мясо теплокровных животных, печень и почки	Отделяют кости, сухожилия, соединительную ткань и видимый жир. Почки гомогенизируют целиком, не отрезая от них кусков
Колбасные изделия	Отделяют несъедобную оболочку
Рыба	Ополаскивают водой. При разделке стараются не повредить брюшную стенку, чтобы не загрязнить мускульное мясо внутренностями. Гомогенизируют только мускулы без кожи и костей. Виды рыб, обычно употребляемые в пищу вместе с костями и кожей (чешуей), например, сардины, анчоусы, шпроты и снетки, измельчают целиком без удаления костей
Рыбные консервы	По возможности отделяют рыбу от других частей продукта

Продолжение таблицы 2

Пищевой продукт	Способ подготовки проб
Ракообразные и моллюски	У ракообразных перед анализом удаляют видимый пищеварительный тракт. Съедобная часть, отобранная из лабораторной пробы, не должна содержать остаточных фрагментов панциря или частиц экзоскелета. При испытании съедобной части головоногих полностью удаляют все части кишечника
Зерновые продукты	Съедобное зерно отделяют от мякины. Если возможно, пробу перемалывают до получения частиц размером менее 300 микрон в соответствии с 6.4.3
Зернобобовые, масличные семена, орехи	Удаляют плоды с признаками порчи и посторонние примеси. У орехов удаляют скорлупу
Картофель	Удаляют глазки и почвенные загрязнения. Картофель моют, чистят обычным способом и ополаскивают водой
Листовые овощи	Удаляют сильно загрязненные, завядшие и подгнившие листья и стебли, пробу промывают
Стеблевые, луковые, салатные и капустные овощи	Удаляют сильно загрязненные, завядшие и подгнившие листья. Удаляют стебли, если они не предназначены для употребления в пищу. Промывают пробу водой. Удаляют шелуху и кожицу в тех случаях, когда они не используются в пищу (например, у лука и кольраби)
Плодовые овощи	Удаляют стебли, чашелистики и лепестки, сильно загрязненные и подгнившие плоды. Плоды моют, при необходимости удаляют семечки. У плодов, употребляемых в пищу без оболочки (кожуры, корки) ее удаляют, также удаляют семечки (например, у тыквы и дыни)
Корнеплоды	Удаляют верхушки, корневые окончания, сильно загрязненные и подгнившие части, счищают кожицу. Если кожица употребляется в пищу (например, у редиса) ее не счищают.
Продукты переработки овощей	Специальной подготовки не требуется. Из консервированных овощей удаляют заливку, если она не употребляется в пищу (например, в случае маринованных огурцов). Во всех других случаях гомогенизируют всю пробу.
Грибы	Удаляют фрагменты насекомых, подгнившие и сильно загрязненные части. Снимают кожицу со шляпок. Пробу промывают водой.
Ягоды	Удаляют загрязнения, поврежденные ягоды, части стеблей и лепестки. пробу промывают водой
Семечковые фрукты	Удаляют сильно загрязненные и подгнившие плоды, части стеблей и листья. Образец ополаскивают, удаляют семечки и педикарпий
Косточковые фрукты	Удаляют сильно загрязненные и подгнившие плоды, части стеблей и листья. Образец ополаскивают и удаляют косточки
Цитрусовые фрукты	Снимают кожуру и удаляют семечки
Продукты переработки фруктов	Гомогенизируют всю пробу, включая заливку

Окончание таблицы 2

Пищевой продукт	Способ подготовки проб
Другие пищевые продукты, прошедшие промышленную обработку (консервированные и замороженные продукты)	Удаляют соус, рассол и другие наполнители, обычно не употребляемые в пищу
Вино и алкогольные напитки	Снимают обертку с горлышка бутылки, которая может содержать свинец. Перед извлечением пробка горлышко бутылки тщательно протирают влажной тканью. Газированные вина перед взятием аналитической пробы или аналитической навески дегазируют с помощью ультразвуковой бани. Если вино способно образовывать осадок, его аккуратно декантируют перед взятием аналитической пробы или аналитической навески. В качестве альтернативного способа из бутылки извлекают пробку, открытое горлышко закрывают эластичной пленкой и выдерживают бутылку в покое, пока не осядут все твердые частицы. После этого из бутылки пипеткой аккуратно отбирают промежуточную пробу.

6.4.3 Гомогенизация

После подготовки пробы в соответствии с таблицей 2 ее гомогенизируют с помощью подходящего устройства (см. 6.2).

Замороженные пищевые продукты можно гомогенизировать целиком до размораживания. При этом следует обращать внимание на предотвращение потерь жидкости при размораживании. Рекомендуется обезвоживать замороженные продукты сублимационной сушкой без предварительного размораживания.

Качество гомогенизации сухих продуктов (например, листьев, трав, водорослей) может быть повышено путем добавления известного количества воды.

7 Специальные требования к определению следовых элементов

7.1 Реактивы

Для определения следовых элементов следует использовать воду высо-

кого качества, например, бидистиллированную воду, воду, перегнанную в кварцевой установке, деионизованную воду или воду, прошедшую обработку в специальных аппаратах. Концентрация следовых элементов в воде должна быть настолько низкой, чтобы не влиять на результат анализа.

Чистота реактивов, квалификации «для анализа» как правило, не достаточна. Поэтому следует либо приобретать реактивы лучшего качества, либо применять в качестве альтернативы дальнейшую очистку реактивов в лаборатории следующими способами:

- дистилляцией при температуре немного ниже температуры кипения очищаемой жидкости, при которой загрязнители не попадают в дистиллят с брызгами, образующимися при кипении. Такую дистилляцию предпочтительно проводить в аппаратах из кварцевого стекла с бесконтактным нагревом инфракрасными лучами. Этот метод используют главным образом для очистки концентрированных неорганических кислот (азотной и соляной) и аммиака;

- однократной или двукратной дистилляцией, применяемой при очистке органических растворителей;

- электролизом с жидким ртутным катодом. Данный способ пригоден для очистки буферных растворов, используемых в инверсионной вольтамперометрии

- очисткой на катионообменной смоле, используемой для воды и водных растворов.

7.2 Стандартные образцы и образцы сравнения

Для градуировки используют стандартные вещества, о которых имеется информация о прослеживаемости значений их характеристик. Образцы сравнения, используемые для целей внутреннего контроля, должны иметь характеристики, значения которых, по возможности прослеживаются к аттестованным образцам сравнения (стандартным образцам) [4].

7.3 Требования к лабораторной посуде из стекла и прочему оборудованию

7.3.1 Специальные требования к химическому составу оборудования

Лабораторная посуда из легкоплавкого стекла непригодна для использования при анализе следовых элементов по причине возможности, с одной стороны, перехода определяемых элементов из стекла в анализируемый раствор, с другой стороны – их адсорбции из анализируемого раствора на поверхности стекла.

В большинстве случаев взамен изделий из стекла (колб, мерных колб, стаканов, сосудов и тиглей) следует использовать кварцевую посуду или посуду из фторопластовых материалов (например, политетрафторэтилена (ПТФЭ), перфторалкоксикарбонов (ПФА)) или полиолефинов (например, полиэтилена и полипропилена). Эти материалы являются маловероятными источниками загрязнения анализируемых растворов при условии предварительного ополаскивания посуды разбавленной кислотой. Тем не менее, любой материал следует предварительно испытать на предмет отсутствия влияния на концентрацию анализируемого элемента в растворе. При повторном использовании посуды или при видимых царапинах на ее поверхности следует принимать во внимание возможность адсорбции анализируемых элементов на стенках.

При проведении операций резания, измельчения и взвешивания используют специальное оборудование, например, титановые и керамические ножи, фарфоровые или кварцевые шпатели, ножи, пинцеты и шпатели с фторопластовым покрытием, агатовые измельчители.

Для минерализации при повышенном давлении используют кварцевые или фторопластовые сосуды и крышки к ним.

7.3.2 Очистка посуды и приспособлений

При определении следовых элементов не достаточно проводить мойку

посуды и приспособлений в посудомоечной машине. Для этого предлагается следующая процедура.

Сильно загрязненную посуду и другие приспособления промывают водопроводной водой, при необходимости удаления жира обрабатывают раствором моющего средства. Остатки моющего средства смывают водопроводной водой, после чего очищаемое оборудование помещают в пластиковый контейнер, заполненный смесью концентрированной азотной кислоты с водой (1 : 9 по объему) и оставляют на ночь. После этого оборудование перед использованием тщательно промывают очищенной водой (см. 7.1). При необходимости посуду и приспособления высушивают и хранят в условиях, обеспечивающих отсутствие пыли (например, высушивание в вакуум-сушильном шкафу и хранение в надежно закрытых контейнерах). Одноразовые пластиковые изделия, обычно не подвергаемые мойке, перед использованием ополаскивают кислотой или регулярно испытывают их как возможный источник определяемых элементов.

7.4 Требования к приборам и лабораторному оборудованию

Измерительные приборы по возможности должны быть установлены в помещениях, где не проводятся работы по подготовке проб и их минерализации.

Поскольку аппаратура сама может выделять следовые элементы, следует принимать во внимание возможное влияние на результат анализа операций ее технического обслуживания и ремонта.

Муфельные печи могут являться источником загрязнений определяемыми элементами из-за пыли, образующейся от кварцевой облицовки внутренней поверхности или от кварцевых вставок, а также при проведении их очистки. Печи следует регулярно разогревать до температуры выше нормальной рабочей температуры (например, на несколько сотен градусов выше максимальной температуры при озолении пробы).

Микроволновые печи следует регулярно тестировать по мощности излучения. Если измеренная мощность излучения не соответствует значению, указанному в спецификации, то соответствующим образом перенастраивают программу, управляющую работой печи. Процедуру калибровки мощности излучения в упрощенном виде проводят следующим образом:

- в пластиковый стакан помещают 1,000 кг воды при комнатной температуре;

- измеряют температуру воды (T_b);

- помещают стакан с водой в печь и проводят нагрев при полной мощности в течение 120 с;

- вынимают стакан из печи, перемешивают воду и измеряют ее температуру (T_a);

- рассчитывают величину мощности излучения в ваттах по формуле

$$P = 35(T_a - T_b).$$

7.5 Требования к лабораторным помещениям

В лаборатории по возможности стараются не использовать объекты и установки, полностью или частично состоящие из металлов, следовые количества которых определяют.

В помещениях, где проводится анализ следовых элементов, следует избегать использования реактивов и прочих веществ, применяемых при определении других показателей или при уборке, если эти вещества содержат существенные количества определяемых элементов.

Воздух, поступающий в лабораторию, должен быть чистым, насколько это возможно (с минимальным содержанием пыли). По возможности используют приточную и вытяжную вентиляцию, обеспечивающую полное удаление пыли или ее низкое содержание.

Проводят анализ состава пыли на полах, сидениях, стенах, подоконниках и в муфельных печах. При необходимости принимают меры по ликвидации пыли, содержащей определяемые элементы.

8 Обеспечение качества измерений в лаборатории

8.1 Общие положения

Лаборатория должна быть в состоянии демонстрировать, что ее деятельность находится под внутренним контролем и осуществляется на должном профессиональном уровне.

8.2 Проверка квалификации лабораторий

Лаборатории, занимающиеся официальным контролем пищевых продуктов, должны принимать участие в процедурах тестирования профессионализма (межлабораторных испытаниях), проводимых в соответствии с [3]. Требуемое число таких процедур, проводимых как на национальном, так и на международном уровне, регламентировано в [3].

8.3 Внутренний контроль качества измерений в лаборатории

Лаборатории, занимающиеся официальным контролем пищевых продуктов, должна быть в состоянии демонстрировать наличие в их системе качества процедур внутреннего контроля, примеры которых приведены в [4] и ИСО/МЭК 17025.

Образцы сравнения и стандартные образцы по 3.17 и 3.18 испытывают в общем потоке проб точно таким же образом, что и прочие пробы. Содержание аналита в образце сравнения должно соответствовать данной конкретной задаче и характеризоваться аттестованным либо приписанным к данному образцу значением. Образцы сравнения рассматриваются как разновидность аналитических проб, поэтому они должны быть представительны по величине.

Образцы сравнения используют в комбинации с контрольными картами, что позволяет распознавать устойчивую систематическую погрешность и случайные колебания результатов. Устойчивая систематическая погрешность проявляется в виде статистически значимого отклонения среднего значения контролируемого показателя (центральной линии на контрольной карте) от приписанного или аттестованного значения. Превышение естественных ко-

лебаний результатов идентифицируют с использованием значения стандартного отклонения, характерного для данной системы в состоянии статистической управляемости. На основании величины стандартного отклонения устанавливают границы регулирования и предупреждающие границы, с помощью которых принимается решение о принятии или отклонении результата испытания.

Холостые пробы по 3.19 используют в следующих целях.

1. Оценка результатов, получаемых в течение длительного срока. Для этого требуется большое число холостых проб (более 20), по результатам анализов которых рассчитывают среднее значение и стандартное отклонение. Среднее значение может быть использовано для корректировки результатов анализов обычных проб с учетом уровня загрязнения, а стандартное отклонение – для установления предела обнаружения. Значения обоих параметров следует регулярно перепроверять, используя новые результаты анализа холостых проб, с целью адекватного представления ситуации в лаборатории.

2. Оценка серии результатов. В каждой серии образцов должно быть достаточное количество холостых проб, которые анализируют с целью выявления возможного случайного загрязнения проб определяемыми элементами на недопустимо высоком уровне. При обнаружении сильного загрязнения холостых проб определяемыми элементами рассматривают вопрос о возможном загрязнении всей серии проб на уровне, не допускающем принятия результатов анализа.

9 Представление результатов

Результаты испытаний целесообразно представлять в тех же единицах измерений, что и установленный норматив содержания данного химического элемента в анализируемом объекте.

Для некоторых пищевых продуктов часто требуется выражать результат в виде массовой доли элемента в расчете на сухое вещество продукта. В

этом случае результат анализа должен сопровождаться информацией о содержании влаги в анализируемой пробе, а также использованном методе определения влаги.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать всю необходимую информацию в соответствии с ИСО/МЭК 17025.

Библиография

[1] Council Directive 85/591/EEC of 20 December 1985, concerning the introduction of commonly methods of sampling and analysis for the monitoring of foodstuffs intended for human consumption, O.J. EC, 1985, Nr. L 372, p. 50-52

[2] Horwitz W., Evaluation of analytical methods for regulation of foods and drugs. Analytical Chemistry, 1982, 54, p. 67-76

[3] International harmonised protocol for proficiency testing of (chemical) analytical laboratories. Pure Applied Chemistry, 1993, 65, p. 2123-2144 (Also published in Journal of AOAC International, 76:926)

[4] International harmonised guidelines for internal quality control in analytical laboratories. Pure Applied Chemistry, 1995, 67, p. 649-666

[5] Council of Europe, 1994. Lead, cadmium and mercury in food: assessment of dietary intake and summary of heavy metals limits in foodstuffs, pp 59

[6] Procedural Manual of Codex Alimentarius Commission, FAO, 1997

[7] FAO/WHO. Criteria for evaluating acceptable methods of analysis for Codex purposes. CX/MAS 95/3

[8] IUPAC/ISO/AOAC, Protocol for the design, conduct and interpretation of collaborative studies. Pure Applied Chemistry„ 1995, 67, p. 331-343

[9] Commission Decision 90/515/EEC of 18 October 1990 laying down the reference methods for detecting residues of hravy metals and arsenic. O.J. EC, 1990, Nr L 286, p. 33

Приложение ДА
(справочное)
Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 5725-1-1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения	IDT	ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ISO 5725-2-1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2-2003 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	-	ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

УДК 664:543.6:006.354 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: пищевые продукты, определение следовых элементов, критерии эффективности методик, общие положения, подготовка проб