

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 15505—
2013

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

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

(EN 15505:2008, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

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 | Минэкономки 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 спектроскопии 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

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 спектроскопии 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 спектроскопии (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 спектроскопии (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/см³

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 см³ азотной кислоты по 4.2.1 водой до объема 1000 см³.

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 см³.

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/дм³

В стакан вместимостью 250 см³ помещают 14,66 г оксида лантана (III), слегка смачивают добавлением 10 см³ воды, после чего в стакан добавляют 62,5 см³ соляной кислоты по 4.3. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, 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 $\rho(\text{Na}) = 1000$ мг/дм³.

4.7.2 Натрий, стандартный раствор массовой концентрации $\rho(\text{Na}) = 10$ мг/дм³

Раствор готовят разбавлением 1 см³ основного раствора натрия по 4.7.1 до 100 см³ 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 $\rho(\text{Mg}) = 1000$ мг/дм³.

4.8.2 Магний, стандартный раствор массовой концентрации $\rho(\text{Mg}) = 10$ мг/дм³

Раствор готовят разбавлением 1 см³ основного раствора магния по 4.8.1 до 100 см³ 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 589,0 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/дм³. 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/дм³ (например, при разбавлении раствора пробы после минерализации до 10 см³ добавляют 2 см³ раствора лантана массовой концентрации 50 г/дм³).

Для определения натрия к отобранной пипеткой аликвоте раствора пробы подходящего объема добавляют 1 см³ 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/дм³. 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/дм³. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят соответственно 0,5, 1,25, 2,5, 3,75 и 5,0 см³ стандартного раствора натрия по 4.7.2. В каждую колбу добавляют по 1 см³ 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/дм³. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят соответственно 0,25, 0,5, 1,0 и 2,0 см³ стандартного раствора магния по 4.8.2. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора лантана по 4.6 массовой концентрации 50 г/дм³, 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

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

где a – массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мг/дм³;

V – объем раствора пробы после минерализации, см³;

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 оператором

ГОСТ EN 15505-2013

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 (\bar{X}) содержания натрия и соответствующие им пределы повторяемости (r) и воспроизводимости (R)

| Проба | \bar{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 (\bar{X}) содержания магния и соответствующие им пределы повторяемости (r) и воспроизводимости (R)

| Проба | \bar{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:

- всю информацию, необходимую для идентификации пробы;
- указание использованного метода испытания с ссылкой на настоящий стандарт;
- результаты испытания с указанием единиц измерения;
- дату окончания проведения испытания;
- указание на то, был ли соблюден предел повторяемости;
- 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 спектроскопии 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.

Т а б л и ц а А.1 – Статистические результаты определения натрия в пробах продуктов сублимационной сушки

| Наименование показателя | Проба | | | | | |
|--|-----------|---------|-----------------|------------|---------|------|
| | Брок-коли | Морковь | Пшенич-ный 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 , мг/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 , мг/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 спектроскопии 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.

ГОСТ EN 15505-2013

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 \bar{x} , мг/кг | 4120 | 665 | 618 | 859 | 749 | 251 | 284 |
| Стандартное отклонение повторяемости s_r , мг/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 , мг/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 $\rho(\text{Ca}) = 1000 \text{ мг/дм}^3$.

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

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 $0,5 \text{ мг/дм}^3$ до $4,0 \text{ мг/дм}^3$. 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 $4,0 \text{ мг/дм}^3$. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят соответственно 2,5, 5,0, 10,0 и $20,0 \text{ см}^3$ 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 (\bar{X}) содержания кальция и соответствующие им пределы повторяемости (r) и воспроизводимости (R)

| Проба | \bar{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 \bar{x} , мг/кг | 824 | 458 | 254 | 9450 | 3830 | 238 | 839 |
| Стандартное отклонение повторяемости s_r , мг/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 , мг/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**

Т а б л и ц а 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 спектроскопии, 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru