

Первое издание
2011-04-01

ИЗМЕНЕНИЕ 1
2012-07-15

**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
микроэлементов методом оптической
эмиссионной спектроскопии с
индуктивно-связанной плазмой**

ИЗМЕНЕНИЕ 1

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of trace elements
by inductively coupled plasma optical emission spectroscopy
(ICP-OES)*

AMENDMENT 1

[ISO/TS 21033:2011/Amd 1:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80fbee1eb-c2f7-4107-bdae-ae073ee6ce39/iso-ts-21033-2011-amd-1-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80fbee1eb-c2f7-4107-bdae-ae073ee6ce39/iso-ts-21033-2011-amd-1-2012>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 21033:2011/Amd.1:2012(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 21033:2011/Amd 1:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80fbee1eb-c2f7-4107-bdae-ae073ee6ce39/iso-ts-21033-2011-amd-1-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80fbee1eb-c2f7-4107-bdae-ae073ee6ce39/iso-ts-21033-2011-amd-1-2012>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2012

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без письменного согласия ISO или IDF, полученного по адресу, приведенному ниже.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

International Dairy Federation
Silver Building • Boulevard Auguste Reyers 70/B • B-1030 Brussels
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

При других обстоятельствах, особенно когда существует срочная потребность рынка в таких документах, технический комитет может принять решение о публикации других типов нормативного документа:

- общедоступные технические условия ISO (ISO/PAS) представляют собой соглашение между техническими экспертами в рабочей группе ISO и принимаются к публикации после одобрения более чем 50 % членов основного комитета, участвующих в голосовании;
- технические условия ISO (ISO/TS) представляют собой соглашение между членами технического комитета и принимаются к публикации после одобрения 2/3 членов комитета, участвующих в голосовании.

ISO/TS 21033:2011/Amd 1:2012

ISO/PAS или ISO/TS пересматриваются каждые три года для принятия решения либо о продлении их действия на следующие три года, либо о переработке для придания им статуса международного стандарта, либо о прекращении срока действия. Если принимается решение о продлении действия ISO/PAS или ISO/TS, они снова пересматриваются через следующие три года и тогда должны быть или преобразованы в международный стандарт или отменены.

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав.

Изменение 1 к Техническим условиям ISO/TS 21033:2011 было разработано Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Жиры и масла животные и растительные. Определение микроэлементов методом оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой

Страница 3, 9.1.3

В большинстве приборов уже не используется ртутная лампа и следовательно для них нельзя применять приведенную в стандарте методику. Большинство современных приборов имеют разрешающую способность от 0,005 нм до 0,015 нм, поэтому для них необходима более точная индикация соответствующих линий. В таблицу следует добавить данные для Р (взятые непосредственно из официального метода AOCS Official Method Ca 20-99^[7]) и S. Таким образом, этот подраздел и Таблицу 1 следует заменить следующим подразделом и таблицей.

9.1.3 Включают прибор и дают ему возможность нагреться. Профиль прибора устанавливают в соответствии с инструкциями производителя. Элементы могут быть обнаружены на основных спектральных линиях испускания (см. Таблицу 1). Дополнительные линии испускания и инструкции по установке оборудования даны в EN 14538:2006^[6].

Таблица 1 — Основные линии испускания и пределы обнаружения

Элемент	Существующие пределы обнаружения мг/кг	Основная эмиссионная линия(и) нм		
		Алюминий	— ^a	167,078
Барий	— ^a	455,404		
Бор	— ^a	249,773		
Кадмий	— ^a	226,502	214,441	228,802
Кальций	0,05	315,887	393,366	317,933
Хром	— ^a	267,716	284,325	283,563
Медь	0,05	324,754	327,396	
Железо	0,05	259,940	238,204	261,187
Свинец	— ^a	220,353		
Магний	0,05	285,213	279,553	280,270
Марганец	— ^a	257,611	259,373	
Молибден	— ^a	281,615	202,095	
Никель	0,05	231,604	221,648	341,476
Фосфор	0,05	213,618	178,287	177,495
Кремний	0,1	251,611	288,158	
Серебро	— ^a	328,068		
Натрий	0,1	588,995		
Сера	1	180,731		
Олово	— ^a	242,949		
Титан	— ^a	334,941	323,452	336,121
Ванадий	— ^a	309,311	311,071	
Цинк	— ^a	202,613	213,856	

^a На момент публикации данные отсутствовали.

Страница 4, 9.2.2

Заменить третий абзац следующим текстом.

Приборы, пригодные к одновременному обнаружению нескольких элементов, могут достигать повышенной прецизионности и точности за счет включения внутреннего стандарта в анализ. Если используется внутренний стандарт, то его следует добавлять на стадии разбавления. Обычно результирующее разбавление должно содержать 10 мг/кг иттрия или скандия. Таким образом, согласно последовательности разбавления при отборе проб (см. 9.1.1 и 9.4), для достижения этого разбавитель должен содержать 20 мг/кг внутреннего стандарта, что приводит в результате к концентрации иттрия или скандия 10 мг/кг при разбавлении 1 + 1.

Страница 4, Раздел 10

Заменить текст в этом разделе следующим текстом.

Вычисление является функцией большинства программ прибора. Значения одиночных импульсов в определенном диапазоне от известных стандартных образцов вставляют в формулу линейной регрессии в зависимости от концентрации пробы. Из этого соотношения по значениям одиночных импульсов в определенном диапазоне для проб можно определить концентрации.

Приборы с одновременным обнаружением элементов обычно могут включать расчеты для внутреннего стандарта. В случае использования внутреннего стандарта отношение значений одиночных импульсов от стандартного образца к значениям одиночных импульсов в определенном диапазоне для внутреннего стандарта вставляют в формулу линейной регрессии.

Важно, чтобы был включен правильный коэффициент разбавления.

Страница 6, Приложение А

Добавить новый заголовок под названием приложения. [80fbelcb-c2f7-4107-bdae-ae073ee6ce39/iso-ts-21033-2011-amd-1-2012](https://www.iso.org/standard/80fbelcb-c2f7-4107-bdae-ae073ee6ce39/iso-ts-21033-2011-amd-1-2012)

A.1 Испытания AOCS, 1999

Добавить заголовок A.2 после Таблицы A.1.

A.2 Совместное испытание DGF, 2011

A.2.1 Данные, полученные от большинства участвующих лабораторий

Дополнительные параметры прецизионности были установлены в результате совместного испытания, проведенного в 2011 году DGF (Немецким обществом по исследованию жиров). Полученные данные были проанализированы в соответствии с руководящими указаниями ISO 5725.1:1994^[2] и ISO 5725-2:1994^[3]. В этом испытании принимали участие 14 лабораторий из Австрии (1), Германии (12) и США (1), но не все лаборатории анализировали все элементы.

В Таблицах A.2 – A.9 перечислены результаты для различных содержаний Al, Ca, Cd, Na, Cr, Ni, Cu, Mg, Fe, P, Pb, Si и Zn.

Таблица А.2 — Результаты для различных содержаний алюминия и кальция

Параметр	Проба					
	Al	Ca				
Количество участвующих лабораторий, N_1	8	12	12	12	12	12
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	8	11	10	11	12	12
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	16	22	20	22	24	24
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,120	0,064	0,082	0,114	1,384	25,237
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,009	0,003	0,006	0,006	0,043	0,397
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r}$, %	7,2	4,1	7,3	4,9	3,1	1,6
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,024	0,007	0,017	0,016	0,122	1,110
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,049	0,029	0,016	0,017	0,098	1,360
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	40,7	45,0	19,7	14,8	7,1	5,4
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,137	0,080	0,045	0,047	0,273	3,809

Таблица А.3 — Результаты для различных содержаний кадмия и натрия

Параметр	Проба					
	Cd				Na	
Количество участвующих лабораторий, N_1	9	9	9	9	11	10
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	8	9	9	9	8	9
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	16	18	18	18	16	18
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,037	0,045	0,081	0,117	0,807	1,026
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,004	0,004	0,004	0,006	0,016	0,111
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r}$, %	11,7	9,1	4,3	4,9	2,0	10,8
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,012	0,011	0,010	0,016	0,046	0,310
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,006	0,011	0,014	0,017	0,232	0,252
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	16,6	25,1	16,8	14,5	28,8	24,6
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,017	0,032	0,038	0,047	0,650	0,707

Таблица А.4 — Результаты для различных содержаний хрома и никеля

Параметр	Проба					
	Cr				Ni	
Количество участвующих лабораторий, N_1	9	9	9	9	9	9
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	9	7	9	9	8	9
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	18	14	18	18	16	18
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,049	0,053	0,098	0,314	0,054	0,097
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,003	0,000	0,000	0,008	0,003	0,006
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r}$, %	6,8	0,0	0,0	2,6	4,6	6,4
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,009	0,000	0,000	0,023	0,007	0,017
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,007	0,013	0,012	0,019	0,012	0,017
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	14,2	23,7	12,3	5,9	21,9	17,7
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,019	0,035	0,034	0,052	0,033	0,048

Таблица А.5 — Результаты для различных содержаний меди и магния

Параметр	Проба					
	Cu		Mg			
Количество участвующих лабораторий, N_1	12	12	13	13	13	13
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	12	12	12	13	13	13
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	24	24	24	26	26	26
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,060	0,066	0,070	0,102	0,458	5,794
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,004	0,007	0,004	0,005	0,016	0,124
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	5,9	10,2	5,1	4,7	3,4	2,1
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,010	0,019	0,010	0,013	0,044	0,348
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,026	0,028	0,028	0,027	0,038	0,270
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	43,1	41,6	39,6	27,1	8,3	4,7
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,073	0,077	0,077	0,077	0,107	0,756

Таблица А.6 — Результаты для различных содержаний железа

Параметр	Проба				
	Fe				
Количество участвующих лабораторий, N_1	12	12	12	12	12
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	11	11	12	10	11
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	22	22	24	20	22
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,055	0,060	0,095	0,213	0,317
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,000	0,005	0,008	0,007	0,008
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	0,0	8,8	8,4	3,4	2,5
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,000	0,015	0,022	0,020	0,022
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,025	0,022	0,014	0,018	0,016
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	45,2	36,6	14,5	8,5	5,1
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,070	0,061	0,038	0,051	0,045

Таблица А.7 — Результаты для различных содержаний фосфора

Параметр	Проба				
	P				
Количество участвующих лабораторий, N_1	11	11	11	11	11
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	11	10	11	11	11
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	22	20	22	22	22
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,977	3,335	3,464	6,235	43,150
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,032	0,092	0,076	0,098	0,500
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	3,3	2,7	2,2	1,6	1,2
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,090	0,256	0,212	0,273	1,401
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,236	0,197	0,343	0,463	3,203
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	24,2	5,9	9,9	7,4	7,4
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,661	0,553	0,961	1,298	8,970

Таблица А.8 — Результаты для различных содержаний свинца и кремния

Параметр	Проба				
	Pb	Si			
Количество участвующих лабораторий, N_1	8	9	9	9	9
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	8	8	8	7	9
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	16	16	16	14	18
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,090	0,035	0,043	0,088	0,515
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,003	0,004	0,003	0,007	0,033
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	3,5	10,9	6,6	7,5	6,4
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,009	0,011	0,008	0,019	0,093
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,043	0,018	0,021	0,010	0,067
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	47,3	51,3	49,0	11,8	13,0
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,119	0,051	0,058	0,029	0,187

Таблица А.9 — Результаты для различных содержаний цинка

Параметр	Проба				
	Zn				
Количество участвующих лабораторий, N_1	9	9	9	9	9
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	8	7	9	8	9
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	16	14	18	16	18
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,038	0,039	0,072	0,079	0,162
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,000	0,000	0,006	0,003	0,003
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	0,0	0,0	8,7	3,2	2,1
Предел повторяемости, $r (s_p \times 2,8)$, мг/кг	0,000	0,000	0,017	0,007	0,009
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,015	0,019	0,016	0,022	0,022
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	39,7	48,3	22,6	27,5	13,5
Предел воспроизводимости, $R (s_R \times 2,8)$, мг/кг	0,042	0,052	0,045	0,061	0,061

А.2.2 Данные, полученные только от семи участвующих лабораторий

В Таблицах А.10 – А.12 приведены дополнительные данные для Ag, Mn, Mo, Pb, Ti, Sn и V, но только из семи лабораторий. Все эти данные получены при отсутствии выбросов.

Таблица А.10 — Результаты для различных содержаний серебра и марганца

Параметр	Проба						
	Ag		Mn				
Количество участвующих лабораторий, N_1	7	7	7	7	7	7	7
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	7	7	7	7	7	7	7
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	14	14	14	14	14	14	14
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,036	0,060	0,121	0,041	0,084	0,101	0,188
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,004	0,007	0,004	0,004	0,004	0,004	0,006
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	10,6	12,3	3,1	9,2	4,5	3,7	3,2
Предел повторяемости, r ($s_p \times 2,8$), мг/кг	0,011	0,021	0,011	0,011	0,011	0,011	0,017
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,013	0,019	0,018	0,014	0,015	0,012	0,016
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	35,5	31,0	15,0	33,4	17,2	11,9	8,7
Предел воспроизводимости, R ($s_R \times 2,8$), мг/кг	0,035	0,052	0,051	0,039	0,041	0,034	0,046

Таблица А.11 — Результаты для различных содержаний молибдена, свинца и титана

Параметр	Проба					
	Mo	Pb	Ti			
Количество участвующих лабораторий, N_1	7	7	7	7	7	7
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	7	7	7	7	7	7
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	14	14	14	14	14	14
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,034	0,042	0,168	0,046	0,053	0,096
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,004	0,007	0,009	0,000	0,004	0,000
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	11,0	16,8	5,3	0,0	7,2	0,0
Предел повторяемости, r ($s_p \times 2,8$), мг/кг	0,011	0,020	0,025	0,000	0,011	0,000
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,012	0,013	0,047	0,013	0,014	0,013
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	35,0	32,0	28,1	27,8	27,2	13,3
Предел воспроизводимости, R ($s_R \times 2,8$), мг/кг	0,034	0,038	0,132	0,036	0,040	0,036

Таблица А.12 — Результаты для различных содержаний бария, олова и ванадия

Параметр	Проба					
	Ba	Sn			V	
Количество участвующих лабораторий, N_1	7	7	7	7	7	7
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	7	7	7	7	7	7
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	14	14	14	14	14	14
Среднее значение, \bar{w}, мг/кг	0,093	0,115	0,105	0,360	0,026	0,044
Стандартное отклонение повторяемости, s_p , мг/кг	0,004	0,009	0,008	0,008	0,004	0,000
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,p}$, %	4,1	7,7	7,6	2,1	14,7	0,0
Предел повторяемости, r ($s_p \times 2,8$), мг/кг	0,011	0,025	0,022	0,021	0,011	0,000
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/кг	0,029	0,029	0,024	0,023	0,011	0,016
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	30,9	24,9	22,5	6,5	40,9	36,5
Предел воспроизводимости, R ($s_R \times 2,8$), мг/кг	0,080	0,080	0,066	0,065	0,029	0,045