INSO
9266
1st Revision
2023

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iran National Standards Organization

استاندارد ملی ایران
۹۲۶۶
تجدید نظر اول
۱۴۰۲

مواد غذایی – اندازه گیری سرب، کادمیم، مس، آهن، روی و کروم به‌روش طیف سنجی نوری جذب اتمی پس از هضم خشک

Foodstuffs - Determination of lead, cadmium, copper, iron, zinc and chromium by atomic absorption spectrophotometry after dry digestion

ICS: 67.050

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۹۲۶۶ (تجدید نظر اول): سال ۱۴۰۲

سازمان ملی استاندارد ایران
تهران،ضلع جنوب‌غربی میدان ونک،خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲
صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران
تلفن:۵-۸۸۸۷۹۴۶۱
دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و۸۸۸۸۷۱۰۳
کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد
صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران
تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱(۰۲۶)
دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴(۰۲۶)
رایانامه: standard@inso.gov.ir
وبگاه: http://www.inso.gov.ir

Iran National Standards Organization (INSO)
No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran
O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran.P
Tel: + 98 (21) 88879461-5
Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran
P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran
Tel: + 98 (26) 32806031-8
Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir
Website:http://www.inso.gov.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفهٔ تعیین، تدوین، به روز رسانی و نشر استانداردهای ملی را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به‌عنوان استانداردملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)[1]،کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)[3] است و به‌عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به‌منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت میکند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« مواد غذایی – اندازه گیری سرب، کادمیم، مس، آهن، روی و کروم به روش طیف‌سنجی نوری جذب اتمی پس از هضم خشک »

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
حسنی گنجی، سمیه (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)	پژوهشگاه استاندارد- پژوهشکده صنایع غذایی و فراورده‌های کشاورزی
دبیر:	
نوربخش، رویا (دکتری سم شناسی)	پژوهشگاه استاندارد- مدیریت ارزیابی ریسک
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اکبری اردکانی، بهروز (دکتری شیمی تجزیه)	وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی- اداره کل آزمایشگاه‌های مرجع کنترل غذا و دارو
بهروزی، رویا (دکتری بهداشت مواد غذایی)	وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی- اداره کل آزمایشگاه‌های مرجع کنترل غذا و دارو
پرنیان، لیلا (دکتری مدیریت کسب‌وکار)	مجتمع آزمایشگاهی کیفیت آزمای جنوب (سهامی خاص)
حبیبی، هما (کارشناسی ارشد علوم و مهندسی صنایع غذایی)	آزمایشگاه موسسه علوم تحقیقاتی امین آزمای شرق (سهامی خاص)
خرندی، نیلوفر (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	شرکت رایمون دانا دایان (سهامی خاص)
دانشمند ایرانی، کوروش (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)	سازمان ملی استاندارد ایران– دفتر نظارت بر اجرای استاندارد صنایع غذایی و بهداشتی
شهبازی، کریم (دکتری شیمی تجزیه)	وزارت جهاد کشاورزی- موسسه تحقیقات خاک و آب
عشقی، کامران (کارشناسی ارشد فیزیک)	شرکت پژوهشی کیمیا شنگرف پارس (سهامی خاص)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	**سمت و/یا محل اشتغال:**
فراجی، حامد (دکتری میکروبیولوژی)	آزمایشگاه موسسه علوم تحقیقاتی امین آزمای شرق (سهامی خاص)
فرجود، محمد جواد (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	آزمایشگاه نظارت بر استاندارد و بهداشت انسانی قشم (سهامی خاص)
کشاورزی، محسن (کارشناسی ارشد شیمی آلی)	مجتمع آزمایشگاهی پرهام گستر فارس (سهامی خاص)
علی اکبرزاده، غزاله (دکتری شیمی تجزیه)	پژوهشگاه استاندارد- پژوهشکده صنایع غذایی و فراورده‌های کشاورزی
مهدیزاده، سلما (دکتری مدیریت کسب و کار)	مجتمع آزمایشگاهی کیفیت آزمای جنوب (سهامی خاص)
ویراستار:	
تقوی، مازیار (دکتری حرفه‌ای دامپزشکی)	پژوهشگاه استاندارد- پژوهشکده صنایع غذایی و فراورده‌های کشاورزی

فهرست مندرجات

عنوان		صفحه
پیش‌گفتار		ز
۱	هدف و دامنهٔ‌کاربرد	۱
۲	مراجع الزامی	۱
۳	اصطلاحات و تعاریف	۱
۴	اصول آزمون	۳
۵	مواد و/یا اکنشگرها	۳
۶	وسایل	۵
۷	روش آزمون	۷
۸	اندازه‌گیری	۱۳
۹	محاسبه و بیان نتایج	۱۳
۱۰	حد تشخیص و حد اندازه گیری کمی	۱۴
۱۱	دقت	۱۴
۱۲	گزارش آزمون	۱۶
پیوست الف (آگاهی دهنده) نتایج آزمون بین آزمایشگاهی		۱۷
کتاب‌نامه		۲۲

پیش‌گفتار

استاندارد « مواد غذایی - اندازه گیری سرب، کادمیم، مس، آهن، روی و کروم به روش طیف‌سنجی نوری جذب اتمی پس از هضم خشک » که نخستین‌بار در سال ۱۳۸۶تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزارو نهصد و شصت و یکمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد صنایع غذایی مورخ ۱۴۰۲/۸/۲۳تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۹۲۶۶ : سال ۱۳۸۶ می‌شود.

منابع و مآخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

1- BS EN 14082:2013- Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species - General considerations and specific requirements.

2- AOAC 999.11: 2005- Determination of lead, cadmium, copper, iron and zinc in foods after dry ashing.

۳- تحقیقات و تجربیات آزمایشگاهی انجام شده در پژوهشگاه استاندارد و آزمایشگاه‌های همکار در سال‌های ۱۳۹۷تا ۱۴۰۲

مواد غذایی – اندازه گیری سرب، کادمیم، مس، آهن، روی و کروم به‌روش طیف‌سنجی نوری جذب اتمی پس از هضم خشک

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش اندازه‌گیری سرب، کادمیم، مس، آهن، کروم و روی در مواد غذایی به شیوه طیف‌سنجی نوری جذب اتمی پس از آماده‌سازی نمونه به روش هضم خشک در دمای ۴۵۰°C ± ۲۵ °C می باشد.

این استاندارد برای انواع مواد غذایی کاربرد دارد .

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین‌ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی‌که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش های آزمون

2-2 EN 13804:2013, Foodstuffs- Determination of elements- Performance criteria, general considerations and sample preparation

2-3 EN 14083: 2003, Foodstuffs - Determination of trace elements - Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به‌کار می‌رود:

۳-۱

میزان عنصر

element content

مقدار هریک از عناصر مورد اندازه‌گیری برحسب میلی‌گرم در یک کیلوگرم فراورده غذایی مورد آزمون است که طبق روش ذکر شده در این استاندارد آزمون و اندازه‌گیری می‌شود.

۳-۲

آزمایه

test sample

نمونه‌ای است که طبق ضوابط نمونه برداری، از نمونه آزمایشگاهی برای انجام آزمون های مورد نظر برداشته و آماده آزمون می‌شود.

۳-۳

آزمونه

test portion

مقدار معینی از آزمایه است که برحسب مورد به گونه وزنی یا حجمی، برای انجام یک آزمون به‌دقت برداشته می‌شود.

۳-۴

اتمی شدن

atomization

تبدیل هر یک از عناصر فلزی موجود در آزمونه، به اتم در حالت پایه است که توسط شعله و/ یا کوره گرافیتی، در دمای مشخص انجام می‌شود.

۳-۵

طول موج

wave length

فاصله خطی گذر یک موج کامل پرتو نورانی، شامل یک بیشینه[1] و یک کمینه[2] است، که معمولا بر حسب نانومتر بیان می‌شود یا به عبارت دیگر، فاصله خطی بین دو بیشینه یا کمینه متوالی یک موج پرتو نورانی است.

1- Maximum
2- Minimum

۴ اصول آزمون

در این روش، ابتدا آزمونه خشک شده و سپس با افزایش تدریجی دما (بیشینه به ازای هر ساعت افزایش ۵۰°C) و نهایتا در محدوده دمای ۴۵۰°C±۲۵°C خاکستر می‌شود. در این مرحله محلول اسید کلریدریک ۶ M (۱: ۱) اضافه شده و تا حد خشک شدن تبخیر می‌شود. باقی مانده نهایی در محلول نیتریک اسید ۰٫۱ M حل شده و عناصر مورد آزمون، به روش طیف‌سنجی جذب اتمی با استفاده از شعله (FAAS)[1] و طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی(GFAAS)[2] تعیین مقدار می شود.

هشدار – کاربرد این استاندارد ممکن است شامل مواد، تجهیزات و عملیات خطرناکی باشد. در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی مرتبط با کاربرد آن نوشته نشده‌است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد می‌باشد.

۵ مواد و/ یا واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب مقطر یون زدایی شده طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، استفاده کنید. غلظت عناصر در آب و واکنشگرهای مورد استفاده باید به حدی کم باشد که تاثیری بر نتیجه آزمون نداشته باشد.

۵-۱ هیدروکلریک اسید، درصد خلوص آن کمتر از ٪۳۷ (کسرجرمی) نبوده و جرم حجمی آن تقریباً ۱٫۱۹۰ g/ml باشد.

۵-۲ هیدروکلریک اسید (C=۶mol/l)، ۵۰۰ml هیدروکلریک اسید (طبق زیربند ۵-۱) را با آب به حجم ۱۰۰۰ml برسانید.

۵-۳ نیتریک اسید، درصد خلوص آن کمتر از ٪۶۵ (کسر جرمی) نبوده و جرم حجمی آن تقریباً ۱٫۴ g/ml باشد.

۵-۴ نیتریک اسید (C=۰٫۱ mol/l)، ۷ ml نیتریک اسید(طبق زیربند ۵-۳) را با آب مقطر یون زدایی شده به حجم ۱۰۰۰ml برسانید.

1 -Flame Atomic Absorbtion Spectroscopy
2- Graphite Furnace Atomic Absorbtion Spectroscopy

۵-۵ محلول‌های استاندارد

یادآوری- محلول‌های استاندارد عناصر سرب، کادمیم، روی، مس، آهن وکروم را می توان از فلز یا نمک‌های فلزی تهیه کرد. محلول‌های استاندارد، به‌صورت تجاری نیز در دسترس می‌باشد. توصیه می‌شود از محلول‌های استاندارد دارای گواهینامه[1] استفاده شود. روش تهیه محلول‌های استاندارد در زیر به عنوان مثال آورده شده‌اند.

۱-۵-۵ محلول استاندارد سرب (C= ۱ mg/ml)

مقدار ۱۰۰۰mg از فلز سرب را در۷ ml نیتریک اسید غلیظ (طبق زیربند ۵-۳) حل کنید و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب مقطر یون زدایی شده، رقیق کرده و به حجم برسانید.

۲-۵-۵ محلول استاندارد کادمیم (C= ۱ mg/ml)

مقدار ۱۰۰۰mg از فلز کادمیم را در ۱۴ ml آب مقطر یون زدایی شده و ۷ ml نیتریک اسید غلیظ (طبق زیربند ۵-۳) حل کنید و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب مقطر یون زدایی شده، رقیق کرده و به حجم برسانید.

۳-۵-۵ محلول استاندارد روی (C= ۱ mg/ml)

مقدار ۱۰۰۰ mg از فلز روی را در ۱۴ ml آب مقطر یون زدایی شده و ۷ ml نیتریک اسید غلیظ (طبق زیربند ۵-۳) حل کنید و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب مقطر یون زدایی شده، رقیق کرده و به حجم برسانید.

۴-۵-۵ محلول استاندارد مس(C= ۱ mg/ml)

مقدار ۱۰۰۰ mg از فلز مس را در ۷ ml نیتریک اسید غلیظ (طبق زیربند ۵-۳) حل کنید و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب مقطر یون زدایی شده، رقیق کرده و به حجم برسانید.

۵-۵-۵ محلول استاندارد کروم (C= ۱ mg/ml)

مقدار ۳٫۷۳۵ g از فلز کروم را در ۷ ml نیتریک اسید غلیظ (طبق زیربند ۵-۳) حل کنید و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب مقطر یون زدایی شده، رقیق کرده و به حجم برسانید.

---

1 - Certified Reffrence materials (CRMs)

۵-۵-۶ محلول استاندارد آهن (C= ۱ mg/ml)

مقدار ۱۰۰۰ mg از فلز آهن را در ۱۴ ml آب مقطر یون زدایی شده و ۷ ml نیتریک اسید غلیظ (طبق زیربند ۵-۳) حل کنید و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب مقطر یون زدایی شده، رقیق کرده و به حجم برسانید.

۵-۶ محلول‌های کالیبراسیون

۵-۶-۱ آنالیز با کوره گرافیتی

به منظور تهیه منحنی خطی کالیبراسیون برای هر عنصر، هریک از محلول‌های استاندارد ذکر شده در زیربندهای ۵-۵-۱ تا ۵-۵-۶ را با محلول نیتریک اسید ۰٫۱ mol/l (طبق زیر بند ۵-۴) به رقت‌های مناسب تهیه کنید، به‌گونه‌ای که ناحیه خطی منحنی کالیبراسیون بتواند غلظت آن عنصر در آزمونه/آزمونه‌ها، را پوشش دهد.

۵-۶-۲ آنالیز با شعله

به منظور تهیه منحنی خطی کالیبراسیون برای هر عنصر، هریک از محلول‌های استاندارد ذکر شده در زیربند های ۵-۵-۱ تا ۵-۵-۶ را با محلول نیتریک اسید ۰٫۱ mol/l (طبق زیر بند ۵-۴) به رقت‌های مناسب تهیه کنید به گونه‌ای که محدوده غلظتی منحنی کالیبراسیون بتواند غلظت آن عنصر در آزمونه/آزمونه‌ها، را پوشش دهد.

۶ وسایل

لازم است ظروف آزمایشگاهی که در آزمون مورد استفاده قرار می‌گیرند، پیش از استفاده، به‌روشی که هرگونه آلودگی از آن‌ها حذف شود مورد شستشو قرار گیرند. این روش‌های شستشو اغلب شامل مراحل زیر می‌باشد:

- شستشوی ظروف با آب مقطر یون زدایی شده و یک محلول شوینده (عاری از هر گونه فلز سنگین)؛
- شستشوی مجدد با آب مقطر یون زدایی شده و قرار دادن آن به مدت یک شبانه‌روز یا مدت زمان طولانی‌تر در محلول نیتریک اسید رقیق؛
- در نهایت شستشو با آب مقطر یون زدایی شده قبل از مصرف.

از شستشوی ظروف با محلول سولفوکرومیک[1] خودداری کنید. به عنوان مثال، حرارت دادن ظروف با پایداری شیمیایی بالا (کوارتز، فلورو پلیمر، ظروف شیشه ای) با نیتریک اسید به عنوان یک روش موثر برای شستشو دادن و استفاده منظم در تجزیه مقادیر کم فلزات سنگین شناخته شده است.

1-Sulphochromic

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاه وسایل زیر نیز مورد نیاز است:

۶-۱ طیف‌سنج جذب اتمی

مجهز به تصحیح زمینه[۱]، کوره گرافیتی/ نمونه بردار خودکار[۲]، مشعل‌های[۳] مخصوص برای آنالیز با شعله و منبع مناسبی از گاز مورد نیاز

۶-۲ لامپ ویژه عنصری

لامپ هایی که توانایی تولید باریکه‌ای از تابش با توان کافی و پایدار را دارند. به‌طور مثال لامپ کاتدی توخالی برای همه عناصر مورد آزمون

۶-۳ کوره الکتریکی

با قابلیت برنامه‌ریزی دمایی با یک ترموستات که دما را در بازه ۴۵۰°C±۲۵°C کنترل می‌کند. درصورتی‌که کوره با برنامه‌ریزی دمایی وجود ندارد بهتر است خاکسترسازی اولیه با وسایل ذکر شده در زیربندهای ۶-۴ تا ۶-۷ انجام شود.

۶-۴ صفحه داغ[۴]

با قابلیت حرارت‌دهی مرحله‌ای (پلکانی) تا حدود دمای ۳۰۰°C

۶-۵ لامپ فروسرخ[۵] ۲۵۰W

لامپ فروسرخ باید به گونه‌ای بر روی یک پایه تثبیت شده باشد که امکان تنظیم فاصله با صفحه داغ، وجود داشته باشد.

۶-۶ ترازو با دقت ۰٫۰۰۰۱ g

۶-۷ صفحه سرامیکی

1- Background correctin
2-Autosampler
3-Burner
4-Hot plate
5 - Infra red

یک صفحه سرامیکی نظیر صفحه داخلی خشک کن[1]، با قطری متناسب با صفحه داغ، که به‌وسیله پایه‌ای کوتاه روی سطح صفحه داغ، قرارگرفته باشد.

۶-۸ درپوش شیشه ای

بشقاب‌های شیشه ای مورد استفاده برای عمل تبلور با قطر ۱۸۵mm و عمق ۱۰۰mm

۶-۹ بطری شستشو

بطری حاوی سولفوریک اسید برای پاکسازی هوا

۶-۱۰ اتو[2] یا آون خشک کن

آون با قابلیت تنظیم دما در محدوده دمای ۱۰۰°C تا ۱۲۰ °C

۶-۱۱ کروزه چینی، کوارتزی یا پلاتینی با حجم ۵۰ ml تا ۱۰۰ ml میلی لیتر

کروزه‌های[3] کوارتزی باید پیش از استفاده در محلول آب مقطر یون زدایی شده و نیتریک اسید (طبق زیر بند ۵-۳) با نسبت ۹ به ۱ حجمی/حجمی خیسانده و سپس با آب مقطر یون زدایی شده آبکشی شوند. کروزه‌های پلاتینی نیز قبل از استفاده، ترجیحا باید تا حد سرخ شدن حرارت داده شوند و پس از سرد شدن کروزه‌ها، در اسید رقیق شده طبق مشخصات بالا جوشانده شوند.

۶-۱۲ بطری‌های پلاستیکی/بالن‌های حجمی

بطری دارای در محکم و مناسب، به حجم‌های ۱۰ ml، ۲۰ ml، ۵۰ ml و ۱۰۰ ml

۷ روش آزمون

۷-۱ پیش آماده سازی

نمونه را مطابق با استاندارد EN13804 پیش آماده‌سازی کنید.

1- Dessicator
2-Oven
3- Crucible

۷-۲ هضم خشک

مقدار ۰٫۵g تا ۵g از آزمایه را با ترازوی آزمایشگاهی با دقت نزدیک به ۰٫۰۰۱g، داخل یک کروزه، وزن کنید.

یادآوری- وزن آزمونه، بسته به نوع نمونه و تعداد عناصر مورد اندازه‌گیری، محدوده مورد نظر و هم‌چنین حجم محلول نهایی مورد آزمون متفاوت می‌باشد.

۷-۲-۱ خشک کردن و خاکسترسازی در کوره با قابلیت تنظیم دمایی

کروزه (طبق زیربند ۶-۱۱) حاوی نمونه را در کوره الکتریکی که دمای اولیه آن بیشتر از ۱۰۰°C نیست، قرار دهید. به تدریج دمای کوره را با سرعت تغییر دمای حداکثر ۵۰°C در هر ساعت، تا دمای حداکثر ۴۵۰°C±۲۵°C افزایش داده و اجازه دهید آزمونه یک شب در کوره بماند. در صورتی‌که احتمال جوشیدن شدید آزمونه در حین عمل خاکسترسازی باشد، مطمئن شوید که نسبت سرعت افزایش دما به زمان برای خشک شدن به اندازه کافی باشد. ادامه کار را مطابق با زیربند ۷-۳ انجام دهید.

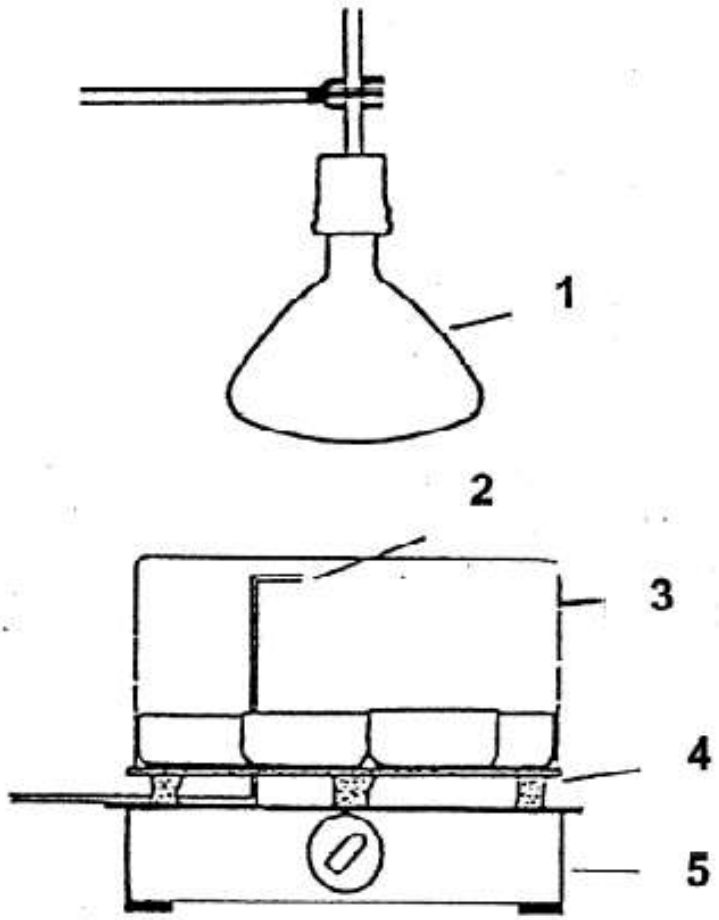
۷-۲-۲ خشک کردن و خاکسترسازی در کوره بدون قابلیت برنامه ریزی دمایی

در این روش از کوره بدون قابلیت برنامه ریزی دمایی با ترموستات و یک مجموعه برای خشک کردن/ پیش خاکسترسازی شامل صفحه داغ (طبق زیربند ۶-۴) با صفحه سرامیکی (طبق زیربند ۶-۷) و درپوش شیشه‌ای (طبق زیربند ۶-۸)، لامپ فروسرخ (طبق زیربند ۶-۵) و بطری شستشو (طبق زیربند ۶-۹) حاوی سولفوریک اسید (برای پاکسازی هوا) استفاده می‌شود (به شکل ۱مراجعه شود).

یادآوری- استفاده از کوره با قابلیت تنظیم دمایی اولویت دارد.

کروزه حاوی آزمونه که با درپوش شیشه‌ای (طبق زیر بند ۶-۸) روی صفحهٔ سرامیکی (طبق زیربند ۶-۷) و بر روی صفحه داغ (طبق زیربند ۶-۴) قرار دهید، و اجازه دهید هوای پاکسازی شده از داخل لوله شیشه‌ای به سطح نمونه دمیده شود. لامپ فروسرخ (طبق زیربند ۶-۵) را در فاصله ۳۰cm تا ۴۰ cm نمونه قرار دهید و دمای صفحه داغ (طبق زیربند ۶-۴) را روی ۱۰۰°C تنظیم کنید. با پیشرفت عمل خشک شدن فاصله را کم کنید تا زمانی که به‌نظر برسد نمونه خشک شده است. در این حالت لامپ باید درست بالای درپوش قرار بگیرد. پیش خاکسترسازی با افزایش تدریجی دمای لامپ و نیز دمای صفحه داغ، انجام می‌شود. دمای نهایی صفحه سرامیکی در این مرحله به حدود ۳۰۰°C می‌رسد. مدت زمان لازم در این مرحله مقدماتی، بسته به نوع ماده غذایی متفاوت می باشد.

کروزه را داخل کوره الکتریکی که در دمای ۲۰۰°C تا ۲۵۰°C تنظیم شده است، قرار دهید و به تدریج دمای کوره را با سرعتی حدود ۵۰°C در ساعت تا دمای حداکثر ۴۵۰°C ± ۲۵°C، افزایش دهید. اجازه دهید کروزه در این دما یک شب باقی بماند.



راهنما :

1 لامپ فروسرخ

2 هوا

3 ظرف تبلور

4 صفحه سرامیکی

5 صفحه داغ

شکل ۱- وسیله مورد استفاده برای پیش خاکستر سازی

یادآوری- از آنجا که لامپ فروسرخ در اغلب آزمایشگاه‌ها موجود نمی‌باشد، می‌توان به منظور پیش خاکستر سازی، آزمونه را در حالی‌که یک برگ کاغذ صافی (عاری از خاکستر و دایره ای شکل که در مرکز آن دایره ای به قطر ۲ mm تا ۳ mm بریده و جدا شده است) برای پوشاندن کامل آزمونه، در داخل کروز قرار داده اید، کروزه و محتویات آن‌را روی حمام آب در حال جوش (برای تبخیر حداکثر آب موجود در آزمونه) قرار دهید . سپس کروزه را داخل آون (طبق زیربند۶-۹) در دمای ۱۰۰°C، به مدت ۱۵ min قرار داده، و در نهایت برای سوزاندن آزمونه، کروزه را بر روی صفحه داغ قرار دهید. پایان این مرحله مقدماتی زمانی است که دیگر دودی از روی کروزه متصاعد نشود.

در مرحله سوزاندن نمونه روی صفحه داغ، باید دقت کرد که محتویات داخل کروزه با احتراق گرمایی، و بدون مشتعل شدن سوزانده شود.

۳-۷ انحلال خاکستر آزمونه

کروزه را از کوره الکتریکی خارج کنید و در دسیکاتور بگذارید تا خنک شود. خاکستر را با ۱ml تا ۳ml آب مرطوب کنید و آن را روی حمام آب جوش یا صفحه داغ تبخیر کنید.کروزه را دوباره در کوره ای که دمای آن بالاتر از ۲۰۰°C نباشد بگذارید و دما را به‌طور پلکانی تا ۴۵۰°C ± ۲۵°C بالا ببرید. فرایند خاکسترسازی را یک تا دو ساعت یا بیشتر در دمای ۴۵۰°C ± ۲۵°C ادامه دهید. این فرایند را تا زمانی که آزمونه کاملا خاکستر شود بدین معنی که خاکستر به رنگ سفید/ خاکستری یا با رنگی بسیار خفیف (تعداد دفعات تکرار این مرحله به نوع نمونه بستگی دارد) حاصل شود، ادامه دهید. سپس ۵ml هیدروکلریدریک اسید ۶ مولار (طبق زیربند ۵-۲) را به کروزه اضافه کنید، به‌طوری‌که همه خاکستر در اسید حل شود. اسید را روی حمام آب جوش یا صفحه داغ تبخیر کنید. باقی‌مانده را با حجم مشخصی (۵ml تا ۱۰ml بسته به وزن اول نمونه) از نیتریک اسید ۰٫۱ مولار (طبق زیربند ۵-۴) حل کنید. کروزه را با دقت بچرخانید تا همه خاکستر با اسید آغشته شود. روی کروزه یک شیشه ساعت بگذارید و اجازه دهید یک تا دو ساعت در همان حالت بماند. محلول را در کروزه کاملا با یک میله شیشه‌ای هم بزنید و محتویات را به یک بالن حجمی پلاستیکی/ شیشه‌ای منتقل کنید. بالن را تا خط نشانه با آب مقطر یون‌زدایی شده، پرکنید.

یادآوری- به‌منظور انحلال بهتر محتویات کروزه در اسید، پس از افزودن نیتریک اسید ۰٫۱ مولار(طبق زیربند ۵-۴) آن‌را چند دقیقه روی حمام آب جوش یا صفحه داغ قراردهید و پس از انحلال کامل آن‌را از روی حرارت برداشته و اجازه دهید خنک شود. در صورتی‌که همچنان ذرات نامحلول در کروزه وجود دارد محتویات کروزه را با کاغذ صافی مناسب صاف کنید. محلول زیر صافی را در یک بالن حجمی منتقل کرده و بالن را تا خط نشانه با آب مقطر یون زدایی پر کنید. در بالن را بسته و به‌خوبی تکان دهید تا کاملا یکنواخت شود.

هشدار- نمونه‌های حاوی چربی و قند بالا را با دقت زیاد خاکستر کنید. نمونه‌های چرب به‌راحتی مشتعل می‌شوند. نمونه‌های حاوی قند بالا، هنگام خاکسترسازی افزایش حجم پیدا می‌کنند و ممکن است هدر رود. برای این نمونه-ها فرایند پیش خاکسترسازی طبق زیربند ۷-۲-۲ توصیه می‌شود.

آزمونه شاهد را مطابق با روش گفته شده برای نمونه، آماده کنید. از آب مقطر یون زدایی شده به‌عنوان آزمونه شاهد استفاده کنید.

۷-۴ طیف‌سنج جذب اتمی

۷-۴-۱ کلیات

روش مورد استفاده (شعله یا کوره گرافیتی) بر اساس غلظت عنصر مورد اندازه‌گیری در آزمونه تعیین می-شود. از طیف سنج جذب اتمی شعله در صورت امکان استفاده شود زیرا این روش حساسیت کمتری نسبت به مزاحمت ها در مقایسه با روش طیف سنجی با استفاده از کوره گرافیتی دارد. برای اندازه‌گیری سرب، کادمیم و کروم در مواد غذایی عموما از روش طیف سنجی جذب اتمی با کوره گرافیتی استفاده می‌شود و برای عناصر روی، مس و آهن در اغلب مواد غذایی می توان از روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله استفاده کرد. مثال‌هایی از طول موج‌ها، برنامه ریزی مخلوط گازها/ دما و سایر پارامترهای دستگاهی مناسب برای هر عنصر در دستورالعمل ارائه شده توسط هر شرکت سازنده دستگاه تعیین می‌شود. تصحیح زمینه همواره باید انجام گیرد، همچنین وقتی که کروم را اندازه‌گیری می‌کنید، مگرآن‌که ثابت شود که به این کار نیازی نیست. در صورت نیاز محلول نمونه باید با نیتریک اسید ۰٫۱ m (طبق زیربند ۵-۴) رقیق شود.

۷-۴-۲ روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله (FAAS)

محتوی فلزات نمونه‌ها به‌وسیله منحنی کالیبراسیون تهیه شده با حداقل ۳ غلظت استاندارد تعیین می‌شود. جدول ۱ مثال‌هایی از پارامترهای دستگاهی برای طیف سنجی جذب اتمی با شعله را نشان می‌دهد.

جدول ۱- پارامترهای دستگاهی برای طیف سنجی جذب اتمی با شعله

نوع فلز	نوع شعله	طول موج (nm)
روی	هوا - استیلن، اکسنده	۲۱۳٫۹
مس	هوا - استیلن، اکسنده	۳۲۴٫۷
آهن	هوا- استیلن/ نیتروز اکسید- استیلن، اکسنده	۲۴۸٫۳

۷-۴-۳ روش طیف سنجی جذب اتمی با کوره گرافیتی (GFAAS)

روش افزایش استاندارد در فرایند آزمون همواره باید به‌کار رود مگر آن که با توجه به نوع نمونه ثابت شود نیازی به انجام آن نیست. انجام روش افزایش استاندارد، در محدوده خطی منحنی کالیبراسیون اهمیت بسیار دارد. اندازه‌گیری ترجیحا براساس سطح زیر پیک و نه ارتفاع پیک انجام می‌شود. جدول ۲ مثال‌هایی از پارامترهای دستگاهی قابل کاربرد برای یک مدل دستگاه طیف سنج جذب اتمی را نشان می‌دهد. برنامه دمایی برای خاکسترسازی و اتمی کردن باید برای هر ماتریس نمونه بهینه شود.

جدول ۲- پارامترهای دستگاهی برای طیف سنجی جذب اتمی با کوره گرافیتی(GFAAS)

نوع فلز	طول موج nm	پارامترها	مرحله ۱	مرحله ۲	مرحله ۳	مرحله ۴	حجم نمونه تزریق شده	نوع لوله گرافیتی
سرب	۲۸۳٫۳	دما، °C	۱۳۰	۴۵۰	۱۹۰۰	۲۵۰۰	۲۰ µl	L'vov
		پلکان،s	۱۰	۱۵	۰	۲		
		توقف،s	۳۰	۱۰	۴	۲		
کادمیم	۲۲۸٫۸	دما، °C	۱۳۰	۳۵۰	۱۲۰۰	۲۵۰۰	۱۰ µl	L'vov
		پلکان،s	۱۰	۱۵	۰	۲		
		توقف،s	۳۰	۱۰	۴	۲		
کروم	۳۵۷٫۹	دما، °C	۱۳۰	۱۲۰۰	۲۳۰۰	۲۷۰۰	۲۰ µl	Pyrolytic
		پلکان،s	۱	۱۰	۰	۲		
		توقف،s	۱۹	۱۰	۲	۳		
یادآوری- اصلاح کننده‌های ماتریس می‌توانند توسط هر آزمایشگاه به صورت مجزا استفاده و صحّه‌گذاری شوند. برای اندازه‌گیری سرب و کادمیم به زیر بند 4-7 استاندارد EN 14083: 2003 مراجعه کنید.								

۷-۵ رسم منحنی کالیبراسیون

برای رسم منحنی کالیبراسیون برای هر عنصر، در هر دو روش طیف سنجی جذب اتمی با شعله و کوره گرافیتی، حداقل سه سطح غلظتی از محلول استاندارد (طبق زیربند ۵-۵) مورد نیاز است. به این منظور بعد از تهیه محلول‌های استاندارد کاری با غلظت مشخص و مناسب، طبق دستور العمل ارائه شده توسط کارخانه سازنده دستگاه طیف سنج جذب اتمی، اندازه گیری غلظت هر محلول استاندارد انجام می‌شود، برای روش کوره گرافیتی سطح زیر پیک و برای روش شعله سیگنال را در حالت پایدار اندازه بگیرید و بر اساس میزان

جذب نور (در طول موج های مربوط به هر عنصر) و غلظت محلول های استاندارد کاری منحنی خطی کالیبراسیون را رسم کنید.

یادآوری – ترتیب اندازه‌گیری محلول های استاندازه کاری از غلظت کم به زیاد می‌باشد. به عبارت دیگر محلول استاندارد کاری با کمترین غلظت، به عنوان اولین محلول استاندارد و محلول استاندارد کاری با بیشترین غلظت، به عنوان آخرین محلول استاندارد تعیین مقدار می‌شود.

۸ اندازه گیری

میزان جذب نور (در طول موج مربوط به هر عنصر) محلول آزمودنی را بر مبنای همان شرایط توصیف شده برای محلول‌های استاندارد کاری، اندازه بگیرید. بر اساس منحنی کالیبراسیونِ رسم شده، غلظت عنصر مربوط را در محلول آزمودنی تعیین کنید. در صورتی‌که جذب نور خارج از محدوده خطی منحنی کالیبراسیون باشد، بسته به این‌که تا چه حد میزان جذب نور از محدوده خطی خارج باشد، لازم است محلول مورد آزمون را به نسبت مشخصی، با استفاده از نیتریک اسید ۰٫۱ مولار(طبق زیربند ۵-۴) رقیق کنید.

۹ محاسبه و بیان نتایج

کسر جرمی هر عنصر (C)، بر حسب mg/kg نمونه را با استفاده از فرمول زیر محاسبه کنید:

$$C = \frac{(a - b) \times v}{m} \qquad (۱)$$

که در آن:

C مقدار غلظت عنصر مورد نظر در آزمایه بر حسب mg/kg؛

a میانگین غلظت عنصر مورد نظر در محلول آزمونه برحسب mg/lکه از روی منحنی کالیبراسیون به‌دست می‌آید؛

b میانگین غلظت عنصر مورد نظر در محلول تهی برحسب mg/l که از روی منحنی کالیبراسیون به‌دست می‌آید؛

v حجم محلول مورد آزمون پس از هضم و به حجم رساندن برحسب ml؛

m جرم آزمونه بر حسب g.

درصورتی‌که نیاز به رقیق سازی محلول نهایی آزمونه باشد، میزان رقت اعمال شده در فرمول فوق، باید منظور شود، به عبارت دیگر مقدار رقت اعمال شده، در مقدارC ضرب می شود.

درصورتی‌که (a – b) کمتر از حد تشخیص (طبق بند ۱۰) باشد، (a – b) را با مقدار حد تشخیص در محلول مورد آزمون برای محاسبه حد تشخیص در نمونه جایگزین کنید.

۱۰ حد تشخیص و حد اندازه گیری کمّی

حد تشخیص و حد اندازه‌گیری کمّی باید مطابق با روش ارائه شده در استاندارد EN 13804 تعیین شود. از انحراف استاندارد به‌دست آمده در ارزیابی‌های طولانی مدت برای محاسبه استفاده کنید (به استاندارد EN 13804 مراجعه کنید).

۱۱ دقت

۱۱-۱ کلیات

جزئیات آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای دقت روش، درپیوست **الف** ذکر شده است. مقادیر مذکور برای گستره‌های غلظتی و ماتریس‌هایی غیر از آنچه ارائه شده است، کاربرد ندارد.

۱۱-۲ تکرارپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون مستقل به‌دست آمده با استفاده از روش یکسان روی نمونه یکسان در همان آزمایشگاه به وسیله همان آزمایشگر با استفاده از همان تجهیزات در بازه زمانی کوتاه، در بیش از ۵٪ موارد از حد تکرارپذیری (r)، مندرج درجدول ۳، بیشتر نخواهد بود.

۱۱-۳ تجدیدپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون مستقل به‌دست آمده با استفاده از روش یکسان روی نمونه یکسان در آزمایشگاه‌های مختلف به وسیله آزمایشگران مختلف با استفاده از تجهیزات مختلف دربیش از ۵٪ موارد از حد تجدیدپذیری (R)، مندرج در جدول ۳، بیشتر نخواهد شد.

جدول ۳- مقادیر میانگین، حدود تکرار پذیری و تجدید پذیری

عنصر	نمونه	$\bar{x}$، (mg/kg)	r (mg/kg)	R (mg/kg)
سرب	جگر چرخ شده	۰٫۰۵۹	۰٫۰۹	۰٫۰۵۱
	سس سیب	۰٫۲۷		۰٫۲۶
	ماهی چرخ شده	۰٫۵۲		۰٫۲۹
	ترکیب رژیمی D/E[a]	۰٫۲۵		۰٫۱۳
کادمیم	جگر چرخ شده	۰٫۵۰	۰٫۲۴	۰٫۰۱۴
	ماهی چرخ شده	۰٫۲۱		۰٫۱۱
	سبوس گندم	۰٫۱۷۷		۰٫۰۵۶
	ترکیب رژیمی D/E	۰٫۵۳		۰٫۳۱
روی	جگر چرخ شده	۸٫۸	۱٫۹	۱٫۰
	سس سیب	۰٫۷۰		۰٫۱۲
	ماهی چرخ شده	۴٫۵		۱٫۵
	سبوس گندم	۷۱٫۵		۱۴
	پودر شیر خشک	۳۵٫۰		۷٫۸
	ترکیب رژیمی D/E	۳۷٫۸		۳٫۷
مس	جگر چرخ شده	۵٫۴	۴٫۶	۱٫۱
	سس سیب	۰٫۲۳		۰٫۱۲
	ماهی چرخ شده	۰٫۲۲		۰٫۲۲
	سبوس گندم	۸٫۸		۵٫۶
	ترکیب رژیمی D/E	۴۴٫۶		۸٫۸
آهن	جگر چرخ شده	۲۴٫۰	۴۹	۷٫۶
	ماهی چرخ شده	۶٫۳		۱٫۲
	سبوس گندم	۱۲۲		۳۶
	ترکیب رژیمی D/E	۲۱۲		۶۴
کروم	سس سیب	۰٫۱۰	۰٫۰۴۳	۰٫۱۲
	ماهی چرخ شده	۰٫۲۲		۰٫۱۲
	سبوس گندم	۰٫۰۲۱		۰٫۰۲۲
	پودر شیر خشک	۰٫۰۰۸		۰٫۰۱۰
	ترکیب رژیمی D/E	۰٫۰۴۶		۰٫۰۴۳
[a] به ردیف ۲ کتاب‌نامه مراجعه کنید				

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی آگاهی‌های زیر باشد:

۱۲-۱ همه اطلاعات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛

۱۲-۲ روش آزمون به‌کار رفته با ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛

۱۲-۳ نتایج به‌دست آمده و واحدهایی که نتایج بر مبنای آن‌ها گزارش شده است؛

۱۲-۴ تاریخ نمونه‌برداری و روش نمونه‌برداری به‌کار رفته؛

۱۲-۵ تاریخ اتمام آزمون؛

۱۲-۶ همه جزئیاتی‌که در این استاندارد مشخص نشده یا اختیاری بوده است، همراه با جزئیات هر رخدادی که می‌تواند بر نتایج آزمون تاثیرگذار باشد؛

۱۲-۷ نام و نام خانوادگی و امضاء آزمونگر.

پیوست الف
(آگاهی دهنده)
نتایج آزمون بین آزمایشگاهی

دقت روش توسط NMKL تثبیت شد [1] و [5] و در یک آزمون بین آزمایشگاهی که بر طبق راهنماهای AOAC برای روش‌های مطالعه مشترک ارزیابی شده، تایید شده است[3]. نتایج آماری در جداول الف-۱ تا الف-۶ ارائه شده است.

یادآوری-این روش همچنین به‌طور مشترک برای اندازه گیری عنصر نیکل مورد آزمون قرار گرفت. نتیجه ارزیابی آماری با این حال ، کاملاً رضایت بخش تلقی نشده و بنابراین نیکل در این استاندارد ملی گنجانده نشده است.

جدول الف- ۱ - نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای عنصر سرب

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده	سس سیب	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم[a]	پودر شیر[a]	ترکیب رژیمی D/E
Pb	تعداد آزمایشگاه‌ها	۱۳	۱۲	۱۳	۱۳	۱۲	۱۲
	تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده[b]	۰	۰	۰	۰	۳	۱
	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۱۳	۱۲	۱۳	۱۳	۹	۱۱
	مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۰/۰۵۹	۰/۲۷	۰/۵۲	۰/۱۱	۰/۰۲۵	۰/۲۵
	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	-	-	-	-	-	۰/۰۳
	RSDr (٪)	-	-	-	-	-	۱۳
	حد تکرار پذیری r (mg/kg)	-	-	-	-	-	۰/۰۹
	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۰/۰۱۸	۰/۰۹	۰/۱	۰/۰۵	۰/۰۱۹	۰/۰۵
	RSD_R (٪)	۳۱	۳۴	۲۰	۴۸	۷۴	۱۹
	حد تجدیدپذیری R (mg/kg)	۰/۰۵۱	۰/۲۶	۰/۲۹	۰/۱۵	۰/۰۵۲	۰/۱۳
	میزانHorwitz, R	۲۴	۱۹	۱۸	۲۲	۲۱	۲۰
	شاخصHorrat, R	۱/۲۶	۱/۷۶	۱/۱۳	۲/۱۵	۳/۵	۰/۹۵

[a] نتایج نشان می‌دهد که میانگین غلظت زیر حد کمی روش می باشد.

[b] Outlier

جدول الف -۲- نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای عنصر کادمیم

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده	سس سیب[a]	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر[a]	ترکیب رژیمی D/E
Cd	تعداد آزمایشگاه‌ها	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۳
	تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده[b]	۲	۳	۲	۳	۶	۲
	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۱۲	۱۱	۱۲	۱۱	۸	۱۱
	مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۰٫۰۵	۰٫۰۰۱۶	۰٫۲۱	۰٫۱۷۷	۰٫۰۰۲	۰٫۵۳
	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	-	-	-	-	-	۰٫۰۹
	RSDr (٪)	-	-	-	-	-	۱۶٫۶
	حد تکرار پذیری r (mg/kg)	-	-	-	-	-	۰٫۲۴
	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۰٫۰۰۵	۰٫۰۰۱۱	۰٫۰۴	۰٫۰۲	۰٫۰۰۱۶	۰٫۱۱
	RSD_R (٪)	۱۰	۶۹	۱۹	۱۱	۸۰	۲۱
	حد تجدیدپذیری R (mg/kg)	۰٫۰۱۴	۰٫۰۰۳۱	۰٫۱۱	۰٫۰۵۶	۰٫۰۰۴۵	۰٫۳۱
	میزانHorwitz, R	۲۵	۴۲	۲۰	۲۱	۴۷	۱۸
	شاخصHorrat, R	۰٫۵۴	۱٫۷۴	۱٫۰۵	۰٫۵۴	۷٫۸۶	۰٫۹۷

[a] نتایج نشان می-دهد که میانگین غلظت زیر حد کمی روش می باشد.

[b] Outlier

جدول الف- ۳- نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای عنصر روی

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده	سس سیب	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر	ترکیب رژیمی D/E
Zn	تعداد آزمایشگاه‌ها	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۳
	تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده[a]	۳	۵	۲	۲	۲	۲
	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۱۱	۹	۱۲	۱۲	۱۲	۱۱
	مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۸٫۸	۰٫۷	۴٫۵	۷۱٫۵	۳۵	۳۷٫۸
	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	-	-	-	-	-	۰٫۷

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده	سس سیب	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر	ترکیب رژیمی D/E
Zn	RSDr (٪)	–	–	–	–	–	۱٫۸
	حد تکرار پذیری r (mg/kg)	–	–	–	–	–	۱٫۹
	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۰٫۴	۰٫۰۴	۰٫۶	۴٫۹	۲٫۸	۱٫۳
	RSD_R (٪)	۴٫۲	۶	۱۲	۶٫۹	۸	۳٫۵
	حد تجدیدپذیری R (mg/kg)	۱	۰٫۱۲	۱٫۵	۱۴	۷٫۸	۳٫۷
	میزانHorwitz, R	۱۲	۱۷	۱۳	۸٫۴	۹٫۴	۹٫۵
	شاخصHorrat, R	۰٫۳۵	۰٫۴	۰٫۴۸	۰٫۸۱	۰٫۸۶	۰٫۳۷
[a] Outlier							

جدول الف- ۴- نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای عنصر مس

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده	سس سیب	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر[a]	ترکیب رژیمی D/E
Cu	تعداد آزمایشگاه‌ها	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۳
	تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده[b]	۲	۲	۱	۱	۱	۱
	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۱۲	۱۲	۱۳	۱۳	۱۳	۱۲
	مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۵٫۴	۰٫۲۳	۰٫۲۲	۸٫۸	۰٫۴۸	۴۴٫۶
	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	–	–	–	–	–	۱٫۶
	RSDr (٪)	–	–	–	–	–	۳٫۶
	حد تکرار پذیری r (mg/kg)	–	–	–	–	–	۴٫۶
	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۰٫۴	۰٫۰۴	۰٫۰۸	۲	۰٫۲۳	۳٫۱
	RSD_R (٪)	۷٫۱	۱۸	۳۵	۲۳	۴۷	۶٫۹
	حد تجدیدپذیری R(mg/kg)	۱٫۱	۰٫۱۲	۰٫۲۲	۵٫۶	۰٫۶۳	۸٫۸
	میزانHorwitz, R	۱۲	۲۰	۲۰	۱۱	۱۸	۹
	شاخصHorrat, R	۰٫۵۵	۰٫۹۳	۱٫۸۷	۰٫۹	۲٫۵۶	۰٫۷۷
[a] نتایج نشان می-دهد که میانگین غلظت زیر حد کمی روش می باشد. [b] Outlier							

جدول الف- ۵- نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای عنصر آهن

عنصر	پارامتر	نمونه				
		جگر چرخ شده	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر[a]	ترکیب رژیمی D/E
Fe	تعداد آزمایشگاه‌ها	۱۴	۱۴	۱۴	۱۴	۱۳
	تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده[b]	۱	۳	۲	۱	۱
	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۱۳	۱۱	۱۲	۱۳	۱۲
	مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۲۴	۶٫۳	۱۲۲	۱٫۷	۲۱۲
	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	–	–	–	–	۱۸
	RSDr (٪)	–	–	–	–	۸٫۲
	حد تکرار پذیری r (mg/kg)	–	–	–	–	۴۹
	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۲٫۷	۰٫۴	۱۳	۰٫۶۱	۲۳
	RSD_R (٪)	۱۱	۷	۱۱	۳۵	۱۱
	حد تجدیدپذیری R(mg/kg)	۷٫۶	۱٫۲	۳۶	۱٫۷	۶۴
	میزانHorwitz, R	۱۰	۱۲	۷٫۷	۱۵	۷٫۴
	شاخصHorrat, R	۱٫۱۵	۰٫۵۷	۱٫۴۶	۲٫۳۳	۱٫۴۸

[a] نتایج نشان می-دهد که میانگین غلظت زیر حد کمی روش می باشد.

[b] Outlier

جدول الف- ۶- نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی برای عنصر کروم

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده[a]	سس سیب	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر	مکمل رژیمی D/E
Cr	تعداد آزمایشگاه‌ها	۶	۶	۶	۶	۶	۶
	تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده[b]	۱	۱	۱	۱	۱	۱
	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۵	۵	۵	۵	۵	۵
	مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۰٫۰۳۷	۰٫۱	۰٫۲۲	۰٫۰۲۱	۰٫۰۰۸	۰٫۰۴۶
	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	–	–	–	–	–	۰٫۰۱۵
	RSDr (٪)	–	–	–	–	–	۳۴
	حد تکرار پذیری r (mg/kg)	–	–	–	–	–	۰٫۰۴۳

عنصر	پارامتر	نمونه					
		جگر چرخ شده[a]	سس سیب	ماهی چرخ کرده	سبوس گندم	پودر شیر	مکمل رژیمی D/E
Cr	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۰/۰۲۳	۰/۰۴	۰/۰۴	۰,۰۰۸	۰/۰۰۴	۰/۰۱۵
	RSD_R (٪)	۶۲	۴۲	۲۱	۳۸	۴۸	۳۴
	حد تجدیدپذیری R(mg/kg)	۰/۰۶۴	۰/۱۲	۰/۱۲	۰/۰۲۲	۰/۰۱	۰/۰۴۳
	میزانHorwitz, R	۲۷	۱۹	۲۸	۱۸	۲۷	۲۶
	شاخصHorrat, R	۲/۳۴	۱/۸۷	۱/۰۱	۱/۳	۱/۴۵	۱/۳۲

[a] نتایج نشان می-دهد که میانگین غلظت زیر حد کمی روش می باشد.

[b] Outlier

نتایج حاصل از تجزیه و تحلیل مواد مرجع گواهی شده در یک آزمون بین ازمایشگاهی در جدول الف ۷ آورده شده است. تعداد آزمایشگاه‌های باقیمانده بعد از حذف نتایج دور افتاده با عنوان n نشان داده‌شده است. تمام نتایج بر حسب mg/kg می-باشد. مقادیر گواهی شده برای ترکیب رژیمی D/E در ردیف [2] کتاب‌نامه اشاره شده است.

جدول الف-۷- ارزیابی امتیاز Z مقادیر بدست آمده در برابر مقادیر گواهی شده

عنصر	مکمل رژیمی	میانگین مقدار یافت شده	n	S_R	میانگین مقدار گواهی شده	n	S_R	Z-Score[a]
Pb	D	۰/۲۱۲	۱۳	۰/۰۳۹	۰/۲۱۸	۱۱	۰/۰۱۹	-۰/۵
	E	۰/۲۸۰	۱۱	۰/۰۵	۰/۲۷۳	۱۰	۰/۰۲۴	۰/۴
Cd	D	۰/۵۰۶	۱۲	۰/۰۵۵	۰/۴۷۸	۱۱	۰/۰۳۹	۱/۴
	E	۰/۵۵۰	۱۱	۰/۱۴۹	۰/۵۳۶	۱۳	۰/۰۵۱	۰/۳
Zn	D	۳۶/۶	۱۲	۱/۳	۳۷/۲	۹	۴	-۰/۴
	E	۳۹/۱	۱۱	۱/۴	۳۹/۵	۸	۴	-۰/۳
Cu	D	۴۱/۴	۱۳	۴/۲	۴۰/۸	۹	۱/۲	۰/۵
	E	۴۷/۸	۱۲	۵/۲	۴۶/۵	۹	۱/۸	۰/۲
Fe	D	۱۹۷	۱۳	۲۴	۱۹۸/۹	۸	۱۹/۸	-۰/۲
	E	۲۲۸	۱۲	۲۰	۲۱۵/۶	۸	۰/۲	۱/۴
Cr	D	۰/۰۳۳	۵	۰/۰۱۱	۰/۰۳۶	۶	۰/۰۱۳	-۰/۴
	E	۰/۰۵۹	۵	۰/۰۱۸	۰/۰۶۱	۶	۰/۰۲۱	-۰/۲

[a] امتیاز Z بر طبق استاندارد NMKL شماره ۹ (به ردیف ۴ کتاب‌نامه مراجعه کنید).

کتاب‌نامه

[1] Johem. L. Determination of Metals in Foodstuffs by Atomic Absorbtion Spectrophotometry after Dry Ashing: NMKL Intralaboratory Study of Lead, Cadmium, Zinc, Copper, Iron, Chromium and nickel. (1993). Journal of AOAC, 76:798-813

[2] Johem. L. Slorach S. Engman J. Schroder T. and Johansson M. The establishment of certified concenterations of thirteen elements in six composite diet reffrence materials. SLV Rapport 4/1995. National Food Administration. Box 662, SE-751 26 Uppsala, Sweden.

[3] AOAC International Guidelines for Collaborative Study Procedure to Validate Characteristics of Method of Analysis. (1995) J.Assoc.Off.Anal.Chem.Int.78.143A-160A.

[4] NMKL Procedure No. 9. Evaluation of Results derived from the analysis of certified reffrence materials. (2001). Nordic Committee on Food analysis. C/o National Veterinary Institute. Box 8156 Dept. 0033Oslo, Norway.

[5] NMKL Procedure No. 139. Metal Determination by Atomic Absorbtion Spectrophotometry in Foodstuffs. (1991). Nordic Committee on Food analysis. C/o National Veterinary Institute. Box 8156 Dept. 0033Oslo, Norway.