



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۷۲۲

چاپ اول

مهر ۱۳۹۲

INSO

16722

1st. Edition

Oct.2013

مواد غذایی – اندازه گیری عناصر کم مقدار –
اندازه گیری آرسنیک کل با روش طیف سنجی
جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS) پس از
خاکستر سازی خشک

**Foodstuffs – Determination of trace
elements –Determination of total arsenic by
hydride generation atomic absorption
spectrometry (HGAAS)
after dry ashing**

ICS:67.050

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد^۱ (ISO) کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک^۲ (IEC) و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی^۳ (OIML) است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی^۵ (CAC) در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 Electro technical Commission

3-International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

4-Contact point

5-Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« مواد غذایی – اندازه‌گیری عناصر کم‌مقدار – اندازه‌گیری آرسنیک کل با روش طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS) پس از خاکسترسازی خشک »

رئیس:

سالک‌زمانی، مریم

(فوق لیسانس علوم تغذیه)

سمت و/ یا نمایندگی

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

دبیر:

حسین‌زاده، ملیحه

(دکترای پزشکی)

اعضاء (به ترتیب حروف الفباء):

آل‌احمد، ام البنین

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

انجمن صنفی مسئولین فنی و کنترل کیفی صنایع غذایی،

آرایشی، بهداشتی آذربایجان شرقی

پژوهشگاه استاندارد

جلیلی، مریم

(دکترای صنایع غذایی)

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان آذربایجان شرقی

چراغی، رضا

(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس استاندارد

سالک‌زمانی، شبنم

(فوق لیسانس علوم تغذیه)

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی استان

آذربایجان شرقی

سالک‌زمانی، علی

(فوق لیسانس مهندسی کشاورزی)

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی استان

آذربایجان شرقی

سلیمانی، جابر

(فوق لیسانس مهندسی صنایع غذایی)

کارشناس

فداکار، رضا

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

دانشگاه صنعتی سهند

ولی‌پور، جواد

(دکترای شیمی تجزیه)

شبکه بهداشت و درمان جلفا

یحیوی، اتابک

(لیسانس علوم تغذیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
د	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۱	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۳	۶ روش آزمون
۵	۷ محاسبه
۵	۸ دقت
۶	۹ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (اطلاعاتی) نتایج آزمون بین‌آزمایشگاهی

پیش گفتار

استاندارد " مواد غذایی - اندازه گیری عناصر کم مقدار - اندازه گیری آرسنیک کل با روش طیف سنجی جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS) پس از خاکسترسازی خشک " که پیش نویس آن در کمیسیون های فنی مربوط توسط شرکت اسلوب آفرینان آریا آذربایجان تهیه و تدوین شده و در هزار و دویست و هفدهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد خوراک و فراورده های کشاورزی مورخ ۹۱/۱۱/۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

BSEN 14546: 2005, Foodstuffs – Determination of trace elements –Determination of total arsenic by hydride generation atomic absorption spectrometry (HGAAS) after dry ashing

مواد غذایی - اندازه‌گیری عناصر کم‌مقدار - اندازه‌گیری آرسنیک کل با روش جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS)^۱ پس از خاکسترسازی خشک

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری آرسنیک کل در مواد غذایی با خاکسترسازی و تولید هیدرید و به دنبال آن استفاده از طیف سنجی جذب اتمی است. این استاندارد برای اندازه‌گیری آرسنیک کل در مواد غذایی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظراین استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد استاندارد الزامی است:

2-1 EN 13804, Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria, general considerations and sample preparation

۳ اصول آزمون

نمونه‌های آمایش‌شده^۲ با نیتریک اسید و کمک‌کننده خاکسترسازی^۳ تا حد خشک شدن کامل تبخیر می‌شوند و سپس با افزایش تدریجی دما تا ۴۲۵°C به صورت مواد معدنی در می‌آیند. خاکستر در هیدروکلریک اسید حل و آرسنیک با روش HGAAS در باند جذبی آرسنیک در ۱۹۳٫۷ nm تعیین مقدار می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۴ کلیات

غلظت آرسنیک در واکنشگرها و آب مورد استفاده، باید به اندازه‌ای پایین باشد که نتایج اندازه‌گیری را تحت تاثیر قرار ندهد.

1- Hydrid generation atomic spectrometry

2-Treated

3-Ashing dry

۲-۴ هیدروکلریک اسید

۱-۲-۴ هیدروکلریک اسید، با کسر جرمی کمینه ۳۰٪، با چگالی تقریبی $\rho(\text{HCl}) = 1.15 \text{ g/ml}$.
۲-۲-۴ هیدروکلریک اسید رقیق شده، غلظت $(c \approx 6 \text{ mol/l})$.

۵۰۰ ml هیدروکلریک اسید (بند ۱-۲-۴) را با نسبت حجمی ۱ به ۱ با آب رقیق کنید.

۳-۴ نیتریک اسید، با کسر جرمی کمینه ۶۵٪، با چگالی تقریبی $\rho(\text{HNO}_3) = 1.4 \text{ g/ml}$.
۱-۳-۴ نیتریک اسید رقیق شده ۱، با کسر جرمی ۳۲٪.

نیتریک اسید (بند ۳-۴) را با نسبت حجمی ۱ به ۱ با آب رقیق کنید.

۲-۳-۴ نیتریک اسید رقیق شده ۲، با کسر جرمی ۶۵٪.

نیتریک اسید (بند ۳-۴) را با نسبت حجمی ۱ به ۹ با آب رقیق کنید.

۳-۳-۴ نیتریک اسید رقیق شده ۳، با کسر جرمی ۳۳٪.

نیتریک اسید (بند ۳-۴) را با نسبت حجمی ۱ به ۱۹ با آب رقیق کنید.

۴-۴ منیزیم اکسید، با کسر جرمی کمینه ۹۰٪.

۵-۴ منیزیم نیترات شش آبه، با کسر جرمی کمینه ۹۸٪.

۶-۴ کمک کننده خاکسترسازی

۲۰ g از منیزیم نیترات شش آبه (بند ۵-۴) و ۲ g از منیزیم اکسید (بند ۴-۴) را در ۱۰۰ ml آب معلق^۱ کنید.

۷-۴ سدیم هیدروکسید، با کسر جرمی کمینه ۹۵٪.

۸-۴ پتاسیم یدید، با کسر جرمی کمینه ۹۹/۵٪.

۹-۴ آسکوربیک اسید، با کسر جرمی کمینه ۹۹/۷٪.

۱۰-۴ محلول پیش‌احیا^۲

۵ g از پتاسیم یدید (بند ۸-۴) و ۵ g از اسکوربیک اسید (بند ۹-۴) را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

۱۱-۴ محلول مادر آرسنیک، در نیتریک اسید، با غلظت جرمی $\rho[\text{As(V)}] = 1000 \text{ mg/l}$.

استفاده از محلول مادر گواهی شده توصیه می‌شود.

۱۲-۴ محلول‌های کالبراسیون آرسنیک

۱-۱۲-۴ محلول استاندارد واسطه^۳

از محلول مادر (بند ۱۱-۴)، استاندارد $25 \mu\text{g/l}$ HCl (بند ۲-۲-۴) را تهیه کنید.

۲-۱۲-۴ استاندارد‌های کالبراسیون

حجم معینی از استاندارد واسطه (به عنوان مثال ۳ ml برای رسیدن به غلظت نهایی $3 \mu\text{g/l}$) را بردارید و با HCl (بند ۲-۲-۴) به حجم ۵ ml برسانید. ۵ ml از محلول پیش‌احیا (بند ۱۰-۴) را به محلول فوق اضافه کنید. مدت ۳۰ min صبر کنید و با استفاده از HCl (بند ۲-۲-۴) به حجم ۲۵ ml برسانید. با استفاده از

1-Suspend

2-Pre-reducing

3-Intermediate

روش مشابه، دست کم سه استاندارد کالیبراسیون در غلظت‌های مختلف علاوه بر نقطه صفر منحنی^۱ تهیه کنید. غلظت‌های انتخاب شده نباید خارج از محدوده خطی منحنی کالیبراسیون آرسنیک باشند.

۴-۱۳ سدیم بوروهیدرید، با کسر جرمی کمینه % ۹۶.

۴-۱۴ سدیم هیدروکسید، با کسر جرمی کمینه % ۹۸.

۴-۱۵ محلول سدیم بوروهیدرید

غلظت این محلول احیاکننده ممکن است بر اساس سیستم تولید هیدرید به کار رفته و توصیه‌های ارائه شده توسط سازنده تجهیزات تغییر کند. در صورت لزوم، محلول را صاف کنید. این محلول باید به طور روزانه تهیه شود.

۵ وسایل

۵-۱ کلیات

برای به حداقل رساندن آلودگی، همه وسایلی که در تماس مستقیم با نمونه و محلول‌ها هستند، باید با دقت طبق استاندارد EN 13804 پیش آمایش شوند.

۵-۲ کوره مافل^۲ قابل برنامه‌ریزی

مجهز به یک ریزپردازنده یا کوره مافل ترموستات‌دار.

۵-۳ طیف‌سنج جذب اتمی

مجهز به یک سل کوارتز گرم‌شونده به طور الکتریکی و یک جزء فرعی^۳ برای تولید هیدرید با یا بدون تزریق جریان.

۵-۴ لامپ آرسنیک

لامپ توخالی یا لامپ تخلیه الکتریکی بدون الکتروود.

۵-۵ هات پلیت^۴ یا حمام شنی

با کنترل گرمایشی مرحله‌ای.

۶ روش آزمون

۶-۱ پیش آمایش

نمونه را طبق استاندارد EN 13804 یکنواخت نمایید.

۶-۲ آزمون^۵

مقدار ۲۵۰ mg تا ۱۰۰۰ mg از نمونه خشک یا نمونه تازه را وزن کنید و به داخل یک بشر شیشه‌ای بلند مقاوم در برابر گرما با کمینه گنجایش ۲۰۰ ml بریزید.

1-Zero point of the curve

2-Muffle furnace

3-Accessory

4-Hot plate

4-Test portion

۳-۶ خاکسترسازی خشک

۱-۳-۶ روش خاکسترسازی

۲/۵ ml از کمک‌کننده خاکسترسازی (بند ۴-۶) را به ازای هر ۲۵۰ mg از نمونه خشک اضافه کنید. کمک‌کننده خاکسترسازی را هنگام هم زدن سوسپانسیون اضافه کنید، تا ته‌نشین نشود. سپس ۵ ml از نیتریک اسید (بند ۴-۳-۱) را اضافه کنید و در حمام شنی (بند ۵-۵) تبخیر کنید تا مانده خشکی به دست آید. دما را به صورت تدریجی و آرام افزایش دهید تا از جوشیدن، تولید کف، و پاشش محلول جلوگیری شود. دهانه بشر شیشه‌ای را با یک شیشه ساعت بپوشانید و در کوره مافل با دمای اولیه کمتر از 150°C قرار دهید. دما را با آهنگ بیشینه 50°C/h به $425 \pm 25^{\circ}\text{C}$ برسانید و به مدت ۱۲ h در این دما نگهدارید. آهنگ افزایش دما بایستی در میزان توصیه‌شده نگه داشته شود تا از هدر رفت ماده جلوگیری شود. بوته را از کوره خارج کنید و اجازه دهید که سرد شود.

روش خاکسترسازی را تا زمانی که نمونه به طور کامل سوزانیده شود، تکرار کنید. برای رسیدن به این منظور ۵ ml از نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) اضافه کنید، و در حمام شنی تبخیر کنید، و دوباره خاکسترها را در کوره مافل قرار دهید و به عنوان مثال خاکسترهای بایستی سفید/خاکستری یا اندکی رنگی باشند (تعداد تکرارهای ضروری بسته به نوع نمونه متغیر است).

۲-۳-۶ انحلال خاکستر نمونه

۱ ml آب اضافه کنید تا خاکستر را خیس کند، سپس ۵ ml هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۲) به بوته اضافه کنید، و مطمئن شوید که تمام خاکستر با اسید در تماس باشد. سپس ۵ ml از عامل پیش احیاکننده (بند ۴-۱۰) را اضافه کنید. مدت ۳۰ min صبر کنید و آن را با هیدروکلریک اسید رقیق (بند ۴-۲-۲) به حجم ۲۵ برسانید.

اگر لازم باشد، نمونه‌ها را پیش از به حجم رسانیدن، صاف کنید. به منظور حذف آلودگی‌های صافی آن را در ابتدا با نیتریک اسید (بند ۴-۳-۳) و سپس دو بار متوالی با آب یون‌زدایی‌شده شستشو دهید. پس از صاف کردن نمونه‌ها و به منظور جلوگیری از هدر رفت آن‌ها، صافی را با هیدروکلریک اسید (بند ۴-۲-۲) بشویید و حاصل شستشو را پیش از به حجم رسانیدن، به محلول اضافه کنید.

سه واکنشگر شاهد را همانند نمونه‌ها آمایش کنید.

محلول‌های نمونه در دمای 4°C ، تا ۲۴ h ساعت پایدار می‌مانند.

۴-۶ طیف‌سنجی جذب اتمی با تولید هیدرید (HGAAS)

۱-۴-۶ شرایط طیف‌سنج

دستگاه را براساس دستورالعمل‌های سازنده، بهینه‌سازی کنید. خوانش‌ها باید در طول موج ۱۹۳/۷ nm انجام شوند.

۲-۴-۶ روش تولید هیدرید

۱-۲-۴-۶ کلیات

عناصر معینی (به عنوان مثال Sn, Sb, Ni, Mg, Fe, Cr, Cu, Co و Se) ممکن است باعث مزاحمت در فرایند تولید هیدرید شوند. این مزاحمت‌ها، هنگام رقیق‌شدن نمونه در هیدروکلریک اسید رقیق

(بند ۲-۴-۲)، محدود یا حذف می‌شود. در صورت نیاز به رقیق‌سازی بیشتر نمونه، این کار را با هیدروکلریک اسید رقیق (بند ۲-۴-۲) انجام دهید. با تصدیق معنی‌دار نبودن تفاوت بین شیب نمودارهای کالیبراسیون و نمودارهای افزایش استاندارد، نبود هیچ نوع اثرات ماتریکس^۱ یا مزاحمت‌های بین عنصری تأیید می‌گردد. در صورت وجود اثر ماتریکس، از روش افزایش استاندارد استفاده کنید.

۲-۴-۶ روش افزایش استاندارد

محدوده خطی تابع کالیبراسیون استاندارد را تعیین کنید. وقتی از روش افزایش استاندارد استفاده می‌شود بایستی اندازه‌گیری‌ها در محدوده خطی انجام گیرند. منحنی افزایش استاندارد بهتر است دست کم از سه نقطه تشکیل شود که حداقل دو تای آنها مربوط به افزایش استاندارد هستند. غلظت غلیظ‌ترین محلول استاندارد بایستی سه تا پنج برابر غلظت در محلول نمونه باشد. غلظت محلول استاندارد رقیق‌تر بایستی نصف غلظت غلیظ‌ترین محلول استاندارد باشد. منحنی جذب‌های به‌دست‌آمده با این روش را در برابر غلظت‌های اضافه شده رسم کنید و خط مستقیم به دست آمده را تا زمانی که محور غلظت‌ها را قطع کند، برون‌یابی کنید.

۷ محاسبه

با استفاده از معادله (۱) کسر جرمی آرسنیک کل، w ، را برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم نمونه محاسبه کنید:

$$w = \frac{a \times V \times F}{m \times 1000} \quad \text{معادله (۱)}$$

که در آن:

a غلظت عنصری است که قرار است در محلول آزمون به کار رفته اندازه‌گیری شود، بر حسب میکروگرم بر لیتر؛

V حجم محلول نمونه برحسب میلی لیتر؛

F فاکتور رقیق‌سازی است، با لحاظ رقت‌های مرحله پیش احیا و هر رقیق‌سازی اضافی در مورد غلظت‌های بالای عنصری؛

m وزن اولیه نمونه بر حسب گرم.

اگر غلظت در محلول‌های شاهد زیر حد تعیین مقدار^۲ روش باشد، نباید در محاسبات وارد شود. اگر ضرورت داشته باشد، غلظت محلول شاهد را از غلظت محلول نمونه کسر کنید.

۸ دقت

۱-۸ کلیات

1-Matrix

2-Limit of quantification

جزئیات آزمون بین آزمایشگاهی در پیوست الف خلاصه شده است. مقادیر به دست آمده از این آزمون بین آزمایشگاهی، فقط برای محدوده‌های غلظتی و ماتریکس‌های ذکر شده در این استاندارد، کاربرد دارد.

۸-۲ تکرار پذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون منفرد مستقل به دست آمده با روش آزمون مشابه روی یک ماده آزمون یکسان در آزمایشگاه یکسان توسط یک آزمایشگر با استفاده از وسایل یکسان با فاصله زمانی کم جز در ۵٪ موارد از حد تکرارپذیری r ذکر شده در جدول ۱ فراتر نخواهد بود.

۸-۳ تجدیدپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون منفرد به دست آمده با روش آزمون مشابه روی یک ماده آزمون یکسان در آزمایشگاه‌های مختلف توسط آزمایشگران مختلف با استفاده از تجهیزات مختلف جز در ۵٪ موارد از حد تکرارپذیری R ذکر شده در جدول ۱ فراتر نخواهد بود.

جدول ۱- مقادیر میانگین حدود تکرارپذیری و تجدید پذیری

نمونه	$\bar{x}$ (mg/kg)	r (mg/kg)	R (mg/kg)
برگ‌های اسفناج (SRM 1570a, NIST)	۰٫۰۸۸	۰٫۰۵۸	۰٫۱۰۹
آرد برنج (GBW8502, China)	۰٫۰۵۶	۰٫۰۱۸	۰٫۰۳۲
آرد گندم (GBW8503, China)	۰٫۱۹۶	۰٫۰۳۹	۰٫۰۸۰

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دست‌کم حاوی آگاهی‌های زیر باشد:

- ۱-۹ همه اطلاعات ضروری برای شناسایی نمونه؛
- ۲-۹ روش آزمون به کار رفته با ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛
- ۳-۹ نتایج به دست آمده و واحدهایی که نتایج بر حسب آن‌ها گزارش شده‌اند؛
- ۴-۹ تاریخ نمونه برداری و روش نمونه برداری (اگر معلوم باشد)؛
- ۵-۹ تاریخ انجام آزمون؛
- ۶-۹ برآورده شدن الزامات حد تکرارپذیری؛
- ۷-۹ همه جزئیات عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده است یا اختیاری بوده است، همراه با جزئیات حوادثی که در حین آزمون اتفاق افتاده‌اند و ممکن است نتایج آزمایش را تحت تاثیر قرار دهند.
- ۸-۹ نام و نام خانوادگی و امضای آزمایشگر.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
نتایج آزمون بین آزمایشگاهی

یک گروه کاری از موسسه استانداردسازی اسپانیایی دقت روش را در سال ۲۰۰۰ تثبیت کردند. روش با آزمون بین آزمایشگاهی تصدیق و بر اساس استاندارد ISO 5725-2 ارزیابی شد. نتایج آماری در جدول الف ۱ و مقادیر گواهی شده در جدول الف ۲ ارائه شده است.

جدول الف ۱ - نتایج آماری حاصل از آزمون‌های بین آزمایشگاهی

پارامتر	آرد گندم	آرد برنج	برگ‌های اسفناج
تعداد آزمایشگاه‌ها	۱۰	۱۰	۱۰
تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۹	۹	۸
تعداد آزمایشگاه‌های با نتایج دور افتاده	۱	۱	۲
مقدار میانگین $\bar{x}$ (mg/kg)	۰/۱۹۶	۰/۰۵۶	۰/۰۸۸
انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (mg/kg)	۰/۰۱۴	۰/۰۰۷	۰/۰۲۱
RSD_r (%)	۷/۱	۱۱/۷	۲۳/۶
حد تکرار پذیری r (mg/kg)	۰/۰۳۹	۰/۰۱۸	۰/۰۵۸
میزان Γ ، هورویتز ^۱	۱۴	۱۶	۱۵
شاخص r ، هوررات	۰/۵۲	۰/۷۱	۱/۵۳
انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (mg/kg)	۰/۰۲۸	۰/۰۱۱	۰/۰۳۹
RSD_R (%)	۱۴/۵	۲۰/۱	۴۴/۴
حد تجدیدپذیری R (mg/kg)	۰/۰۸۰	۰/۰۳۲	۰/۱۰۹
میزان Horwitz, R	۲۰	۲۵	۲۳
شاخص Horrat, R	۰/۷۱	۰/۸۱	۱/۹۳
^۱ Horwitz			
^۲ Horrat			

جدول الف ۲ – مواد مرجع گواهی شده، ارزیابی امتیاز Z^۱ مقادیر به دست آمده در برابر مقادیر گواهی شده

مواد مرجع استاندارد	میانگین مقدار یافت شده mg/kg	n	S _R	میانگین مقدار گواهی شده mg/kg	بازه اطمینان ۹۵ %	Z-score
برگ‌های اسفناج (SRM 1570a, NIST)	۰٫۰۸۸	۸	۰٫۰۳۹	۰٫۰۶۸	۰٫۰۱۲	۱٫۳
آرد برنج (GBW8502, China)	۰٫۰۵۶	۹	۰٫۰۱۱	۰٫۰۵۱	۰٫۰۰۵	۱٫۱
آرد گندم (GBW8503, China)	۰٫۱۹۶	۹	۰٫۰۲۸	۰٫۲۲	۰٫۰۴	-۱٫۱

1- Z-score