МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 20647— 2018

СМЕСИ АДАПТИРОВАННЫЕ ДЛЯ ИСКУССТВЕННОГО ВСКАРМЛИВАНИЯ ДЕТЕЙ РАННЕГО ВОЗРАСТА И СМЕСИ ДЛЯ ЭНТЕРАЛЬНОГО ПИТАНИЯ ВЗРОСЛЫХ

Определение общего йода. Метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС)

(ISO 20647/IDF 234:2015, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» совместно с Федеральным государственным бюджетным учреждением науки Федеральным исследовательским центром питания, биотехнологии и безопасности пищи (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии») на основе собственного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июня 2018 г. № 53)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 —97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004— 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 августа 2018 г. № 480-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 20647—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 20647/IDF 234:2015 «Смеси адаптированные для искусственного вскармливания детей раннего возраста и смеси для энтерального питания взрослых. Определение общего йода. Метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС)» («Infant formula and adult nutritionals — Determination of total iodine — Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)», IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 2015 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Сущность метода 1
3 Реактивы и материалы 1
4 Лабораторное оборудование 6
5 Проведение испытания 7
5.1 Восстановление проб 7
5.2 Приготовление пробы для анализа 7
5.3 Добавление реагентов 7
5.4 Разложение проб в суховоздушном термостате 8
5.5 Микроволновое разложение проб в открытых сосудах 8
5.6 Фильтрование растворов проб 9
5.7 Разбавление растворов проб 9
5.8 Параметры работы прибора ИСП-МС 9
5.9 Кондиционирование системы ввода пробы 10
5.10 Градуировка прибора ИСП-МС 10
5.11 Анализ растворов проб 10
5.12 Оценка приемлемости результатов анализа 11
6 Обработка результатов 11
7 Прецизионность 12
7.1 Результаты межлабораторных испытаний 12
7.2 Повторяемость 12
7.3 Воспроизводимость 12
Приложение А (справочное) Данные по прецизионности метода 13
Библиография 14

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

СМЕСИ АДАПТИРОВАННЫЕ ДЛЯ ИСКУССТВЕННОГО ВСКАРМЛИВАНИЯ ДЕТЕЙ РАННЕГО ВОЗРАСТА И СМЕСИ ДЛЯ ЭНТЕРАЛЬНОГО ПИТАНИЯ ВЗРОСЛЫХ

Определение общего йода. Метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС)

Infant formula and adult nutritionals.
Determination of total iodine. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

Дата введения — 2019—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения общего йода в адаптированных смесях для искусственного вскармливания детей раннего возраста и смесях для энтерального питания для взрослых [1]. Метод пригоден для измерения методом ИСП-МС массовой доли общего йода в адаптированных смесях для искусственного вскармливания детей раннего возраста и смесях для энтерального питания для взрослых в диапазоне от 0,5 мкг/100 г[1)] до 1 500 мкг/100 г для продуктов, подлежащих восстановлению перед употреблением, и от 2,5 мкг/100 г до 1 000 мкг/100 г для продуктов, готовых к употреблению.

Метод прошел межлабораторные испытания с использованием различных образцов смесей для детского питания и смесей для энтерального питания для взрослых. Диапазон массовой доли аналита составил от 3,47 мкг/100 г до 12,4 мкг/100 г. Данные по прецизионности, полученные в результате этих межлабораторных испытаний, приведены в таблице А.1 приложения А.

2 Сущность метода

Пробу подвергают разложению в растворе гидроксида калия в суховоздушном термостате или микроволновой установке для разложения в открытых сосудах. После разложения пробы йод стабилизируют гидроксидом аммония и тиосульфатом натрия. Полученный раствор разбавляют до заданного объема и фильтруют. Фильтрат без разбавления либо после разбавления анализируют методом масс-спектрометрии индуктивно-связанной плазмы (ИСП-МС).

3 Реактивы и материалы

При проведении анализа при отсутствии особо оговоренных условий используют только реактивы гарантированной аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или аналогичную по чистоте воду.

3.1 Калия гидроксид гранулированный, максимальной степени чистоты[2)].

Примечание — Гидроксид калия может вносить вклад в уровень фонового сигнала по йоду.

[1)] 1 мкг/100 г = 0,01 млн$^{-1}$.

[2)] Например, Fisher Scientific, Fairlawn, NJ. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

Издание официальное

3.2 Аммония гидроксид, раствор массовой концентрации от 28 % до 30 %, максимальной степени чистоты[1)].

3.3 Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), чистотой не менее 99,99 % по массовой доле металлов[1)].

3.4 Поверхностно-активное вещество[2)].

3.5 Кислота азотная концентрированная, высокой чистоты[3)].

3.6 Кислота хлорная массовой долей 70 %.

3.7 Вода очищенная удельным сопротивлением не менее 18 МОм/см.

3.8 Стандартные образцы.

3.8.1 Стандартный образец состава раствора йодида в воде массовой концентрации ρ = = 1 000 мкг/см^3 [4)].

3.8.2 Стандартный образец состава раствора йодида в однопроцентном растворе триэтиламина (ТЭА) массовой концентрации ρ = 1 000 мкг/см^3 [5)].

3.8.3 Аттестованный стандартный образец (SRM) Национального института стандартов и технологии (NIST) SRM 1849a — смесь для детского питания/смесь для взрослых.

Один из указанных концентрированных (основных) стандартных образцов состава раствора йодида используют для приготовления стандартных растворов промежуточной концентрации и градуировочных стандартных растворов. Другой стандартный образец используют для приготовления стандартных растворов для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики. Допускается использовать аналогичные стандартные образцы вместо указанных. В настоящем стандарте «йодид» может упоминаться как «йод».

3.9 Внутренние стандарты

3.9.1 Стандартный образец состава раствора празеодима в 5 %-ной азотной кислоте массовой концентрации ρ = 10 мкг/см^3 [5)]

Массовую долю йода в каждой пробе определяют по методу внутреннего стандарта, в качестве которого используют празеодим. Допускается использовать аналогичные основные стандартные растворы взамен указанного.

3.10 Приготовление растворов реактивов

3.10.1 Общие положения

Растворы всех реактивов готовят по приведенным ниже рекомендациям из расчета массовой концентрации или объемной доли. Корректировка с учетом чистоты и/или концентрации исходного реактива не требуется.

3.10.2 Раствор гидроксида калия массовой концентрации ρ = 50 г/дм^3

Растворяют 25 г гранул гидроксида калия в подходящем количестве очищенной воды и разбавляют полученный раствор до 500 см^3 очищенной водой. Полученный раствор можно дозировать с по-

---

[1)] Например, Fisher Scientific. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

[2)] Например, Triton® X-100, Sigma, St. Louis, MO. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

[3)] Например, категории Optima, Fisher Scientific. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

[4)] Например, SPEX CertiPrep. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

[5)] Например, Inorganic Ventures. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

мощью бутылочного дозатора (диспенсера). Раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

3.10.3 Концентрированный раствор стабилизатора

Растворяют 5 г тиосульфата натрия в подходящем объеме очищенной воды, добавляют 50 $см^3$ гидроксида аммония, затем разбавляют полученный раствор до 500 $см^3$ очищенной водой. Получают водный раствор гидроксида аммония объемной долей 10 % и тиосульфата натрия массовой концентрации 10 $г/дм^3$. Раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

3.10.4 Раствор для промывки

Растворяют 2 г поверхностно-активного вещества (см. 3.4) в подходящем количестве очищенной воды, добавляют 20 $см^3$ гидроксида аммония, затем разбавляют до 2000 $см^3$ очищенной водой. Получают водный раствор гидроксида аммония объемной долей 1 % и поверхностно-активного вещества массовой концентрации 1 $г/дм^3$. Полученный раствор можно дозировать с помощью бутылочного дозатора (диспенсера). Раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

3.10.5 Раствор для разбавления

Растворяют 10 г гранулированного гидроксида калия и 0,4 г тиосульфата натрия в подходящем объеме очищенной воды, добавляют 4 $см^3$ гидроксида аммония, после чего разбавляют полученный раствор до 2000 $см^3$ очищенной водой. Полученный раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

В качестве альтернативы для приготовления меньшего объема раствора разбавляют 50 $см^3$ раствора гидроксида калия массовой концентрации 50 $г/дм^3$ и 10 $см^3$ концентрированного раствора стабилизатора (см. 3.10.3) до 500 $см^3$ очищенной водой. В обоих случаях получают водный раствор гидроксида калия массовой концентрации 5 $г/дм^3$, гидроксида аммония объемной долей 0,2 % и тиосульфата натрия массовой концентрации 0,2 $г/дм^3$. Раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

3.10.6 Раствор для кондиционирования

Раствор готовят разбавлением 25 $см^3$ раствора гидроксида калия (см. 3.10.2) до 250 $см^3$ очищенной водой. Этот раствор используют для подготовки прибора к проведению анализа. Массовая концентрация гидроксида калия в растворе составляет 5 $г/дм^3$. Раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

3.10.7 Раствор-носитель

Состав этого раствора тот же, что и состав раствора для промывки (см. 3.10.4). Раствор-носитель используется для подачи раствора пробы в распылитель через систему ввода автосамплера масс-спектрометра ИСП. Раствор-носитель вводится посредством перистальтического насоса с использованием поливинилхлоридных трубок внутренним диаметром 0,76 мм с двумя ограничителями. Раствор хранят при комнатной температуре. Срок годности раствора — 6 мес с даты приготовления.

3.11 Приготовление стандартных растворов

3.11.1 Общие положения

Срок годности основных стандартных растворов определен датой, указанной в сертификате анализа. Срок годности стандартных растворов промежуточной концентрации, градуировочных стандартных растворов, стандартных растворов для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики и раствора внутреннего стандарта при хранении при комнатной температуре соответствует наименьшему сроку годности для компонентов, использованных для приготовления данного раствора. Эти растворы готовы к использованию для анализа. Их не следует подвергать каким-либо процедурам из числа тех, что применяются для приготовления растворов проб для анализа (то есть смесей для детского питания и для взрослых).

3.11.2 Основные растворы йода и празеодима

Рекомендуется приобретать основные растворы йода и празеодима, сопровождающиеся сертификатами анализа.

3.11.3 Стандартные растворы йода промежуточной концентрации (растворы типа ISS)

Стандартные растворы йода промежуточной концентрации готовят в соответствии с таблицей 1.

Эти растворы используют для приготовления градуировочных растворов. Указанные в таблице 1 концентрации являются номинальными. Точную концентрацию каждого раствора типа ISS определяют, исходя из концентрации йода в основном растворе, указанной в сертификате анализа. Для приготов-

ления этих растворов следует использовать электронную автоматическую пипетку, обеспечивающую объем дозирования от 100 мм^3 до 5000 мм^3.

Таблица 1 — Приготовление стандартных растворов йода промежуточной концентрации (ISS)

Условное обозначение стандартного раствора йода	Условное обозначение раствора, используемого для приготовления данного раствора	Массовая концентрация йода в исходном растворе, нг/см^3	Объем аликвоты исходного раствора,см^3	Объем разбавления аликвоты исходного раствора,см^3	Массовая концентрация йода в приготовленном растворе, нг/ см^3
10 000 (ISS)	Основной раствор	1 000 000	0,5	50	10 000
1 000 (ISS)	10 000 (ISS)	10 000	5	50	1 000
10,0 (ISS)	1 000 (ISS)	1 000	0,5	50	10,0
Аликвоту соответствующего стандартного раствора йода вносят в одноразовую пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1), куда добавляют 5 см^3 концентрированного раствора стабилизатора (см. 3.10.3), объем содержимого пробирки доводят водой до отметки 50 см^3, пробирку укупоривают и тщательно перемешивают содержимое. В полученных водных растворах присутствуют следующие матричные компоненты: гидроксид аммония объемной долей 1 % и тиосульфат натрия массовой концентрации 1 г/дм^3.					

3.11.4 Градуировочные стандартные растворы йода (растворы типа CS)

Градуировочные стандартные растворы йода готовят в соответствии с таблицей 2.

Типичные номинальные массовые концентрации йода в градуировочных стандартных растворах составляют 0,250 нг/см^3, 0,500 нг/ см^3, 1,00 нг/см^3, 10,0 нг/см^3, 50,0 нг/см^3 и 100 нг/см^3. Эти растворы готовят в соответствии с таблицей 2. Нулевой градуировочный раствор соответствует нулевой точке градуировочного графика. При использовании масс-спектрометра ИСП Perkin-Elmer[1)] с программным обеспечением ELAN[1)] градуировочный график должен быть линейным и проходить через начало координат. При использовании масс-спектрометра ИСП Agilent[1)] или Thermo[1)] применяют принудительное проведение градуировочного графика через точку, соответствующую нулевому градуировочному раствору. Градуировочный график считается приемлемым, если он получен с коэффициентом корреляции (r) не менее 0,998. Определяют точную концентрацию каждого градуировочного раствора, исходя из указанной в сертификате анализа концентрации основного раствора, и приписывают найденные значения точкам на градуировочном графике. Для приготовления этих растворов следует использовать электронную автоматическую пипетку, обеспечивающую объем дозирования от 100 мм^3 до 5 000 мм^3.

Таблица 2 — Приготовление градуировочных стандартных растворов йода (CS) и холостого градуировочного раствора (CB)

Условное обозначение стандартного раствора йода	Условное обозначение раствора, используемого для приготовления данного раствора	Массовая концентрация йода в исходном растворе, нг/см^3	Объем аликвоты исходного раствора, см^3	Объем разбавления аликвоты исходного раствора, см^3	Массовая концентрация йода в приготовленном растворе, нг/ см^3
100 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	5	50	100
50,0 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	2,5	50	50,0
10,0 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	0,5	50	10,0
1,00 (CS)	10,0 (ISS)	10,0	5	50	1,00
0,500 (CS)	10,0 (ISS)	10,0	2,5	50	0,500
0,250 (CS)	10,0 (ISS)	10,0	1,25	50	0,250
Нулевой градуировочный раствор (CB)	—	—	—	50	0

[1)] Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

Окончание таблицы 2

Аликвоту соответствующего стандартного раствора йода вносят в одноразовую пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1), куда добавляют 5 см^3 пятипроцентного раствора КОН и 1 см^3 концентрированного раствора стабилизатора (см. 3.10.3), объем содержимого пробирки доводят водой до отметки 50 см^3, пробирку укупоривают и тщательно перемешивают содержимое. В полученных водных растворах присутствуют следующие матричные компоненты: гидроксид калия массовой концентрации 5 г/дм^3, гидроксид аммония объемной долей около 0,2 % и тиосульфат натрия массовой концентрации 0,2 г/дм^3.

3.11.5 Растворы йода промежуточной концентрации для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики (растворы типа ICCV), рабочие растворы йода для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики (растворы типа CCV) и нулевой градуировочный раствор для оперативного контроля (раствор типа CCB)

Растворы типа CCV следует готовить из исходного раствора, отличного от того, который был использован для приготовления растворов типа CS. Например, если для приготовления растворов типа CS был использован стандартный образец SPEX CertiPrep, то нельзя из него же готовить растворы типа CCV. Вместо него для приготовления растворов типа CCV следует использовать основной раствор йода от Inorganic Ventures[1)] (или другого подходящего изготовителя).

Стандартные растворы промежуточной концентрации для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики, рабочие растворы для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики и нулевой градуировочный раствор для оперативного контроля готовят в соответствии с таблицей 3.

Растворы типа ICCV используют для приготовления стандартных растворов типа CCV. Указанные в таблице 3 концентрации растворов типа ICCV и CCV являются номинальными. Точную концентрацию каждого раствора типа ICCV определяют, исходя из концентрации йода в исходном основном растворе, указанной в сертификате анализа. На основании этих данных рассчитывают точную концентрацию каждого раствора типа CCV. Для приготовления этих растворов следует использовать электронную автоматическую пипетку, обеспечивающую объем дозирования от 100 мм^3 до 5 000 мм^3.

Таблица 3 — Приготовление растворов йода промежуточной концентрации для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики (ICCV), рабочих растворов йода для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики (CCV) и нулевого градуировочного раствора для оперативного контроля (CCB)

Условное обозначение стандартного раствора йода	Условное обозначение раствора, используемого для приготовления данного раствора	Массовая концентрация йода в исходном растворе, нг/см^3	Объем аликвоты исходного раствора, см^3	Объем разбавления аликвоты исходного раствора, см^3	Массовая концентрация йода в приготовленном растворе, нг/см^3
10 000 (ICCV)	Основной раствор	1 000 000	0,5	50	10 000
1 000 (ICCV)	10 000 (ICCV)	10 000	5	50	1 000
10,0 (CCV)	1 000 (ICCV)	1 000	0,5	50	10,0
Нулевой градуировочный раствор (CCB)	—	—	—	50	0
Аликвоту соответствующего стандартного раствора йода вносят в одноразовую пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1), объем содержимого пробирки доводят раствором для разбавления (см. 3.10.5) до отметки 50 см^3, пробирку укупоривают и тщательно перемешивают содержимое. В полученных водных растворах присутствуют следующие матричные компоненты: гидроксид калия массовой концентрации 5 г/дм^3, гидроксид аммония объемной долей около 0,2 % и тиосульфат натрия массовой концентрации 0,2 г/дм^3. При приготовлении нулевого градуировочного раствора (CCB) одноразовую пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1) заполняют раствором для разбавления (см. 3.10.5) до отметки 50 см^3, укупоривают пробирку и тщательно перемешивают содержимое.					

[1)] Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они приводят к таким же результатам.

3.11.6 Раствор внутреннего стандарта

Раствор внутреннего стандарта готовят в соответствии с таблицей 4.

Обычно при проведении анализа используют раствор внутреннего стандарта массовой концентрации празеодима 30 нг/см^3. В таблице 4 представлена типичная схема приготовления раствора внутреннего стандарта данной концентрации.

Таблица 4 — Приготовление раствора внутреннего стандарта

Условное обозначение стандартного раствора	Условное обозначение раствора используемого для приготовления данного раствора	Массовая концентрация йода в исходном растворе, нг/см^3	Объем аликвоты исходного раствора, см^3	Объем разбавления аликвоты исходного раствора, см^3	Массовая концентрация йода в приготовленном растворе, нг/см^3
30,0 (Pr)	Основной раствор	10 000	1,5	500	30,0

Примечание — Для приборов ИСП-МС, обладающих более высокой чувствительностью, подбирают концентрацию празеодима в растворе внутреннего стандарта, обеспечивающую уровень аналитического сигнала, близкий к сигналу, получаемому при анализе стандартного раствора йода массовой концентрации 50,0 нг/см^3.

4 Лабораторное оборудование

Лабораторные посуда из стекла и оборудование, указанные ниже.

Допускается использовать аналогичное оборудование. Вся лабораторная пластиковая посуда должна быть по возможности одноразовой. При необходимости повторного использования ее промывают 10 %-ным раствором азотной кислоты, после чего перед использованием тщательно ополаскивают очищенной водой. При необходимости также допускается использовать обычную стеклянную лабораторную посуду, промытую кислотой.

Допускается использовать мембранные фильтры диаметром пор менее 1 мкм (например, от 0,25 мкм до 0,45 мкм). Исключительно важно, чтобы внутренний диаметр трубок для перистальтического насоса был максимально близок к рекомендуемому. В качестве ориентира можно использовать отношение внутреннего диаметра трубки для подачи раствора-носителя (см. 3.10.7), равного 0,76 мм, к внутреннему диаметру трубки для подачи раствора внутреннего стандарта (см. 3.11.6), равному 0,38 мм (0,76/0,38 = 2). Для достижения наиболее высокой точности результатов анализа это отношение должно быть как можно ближе к 2. Слишком большая разница во внутренних диаметрах трубок для подачи раствора-носителя и раствора внутреннего стандарта (например, 1,02 и 0,19 соответственно) может явиться причиной низкой точности результатов анализа.

4.1 Пробирки полипропиленовые вместимостью 50 см^3 и 100 см^3.

4.2 Термостат суховоздушный, пригодный для поддержания температуры (105 ± 5) °С.

4.3 Устройство для микроволнового разложения проб в открытых сосудах, опционально.

4.4 Весы аналитические, пригодные для взвешивания с точностью до 0,0001 г.

4.5 Весы лабораторные платформенные, пригодные для взвешивания с точностью до 0,01 г.

4.6 Система ИСП-МС[1)].

4.7 Автосамплер для системы ИСП-МС[2)].

4.8 Пипетки автоматические с регулируемым объемом дозирования, электронные или ручные, обеспечивающие объем дозирования от 100 мм^3 до 5 000 мм^3.

4.9 Диспенсеры для многократного повторного дозирования, с регулируемым объемом дозирования.

4.10 Бутыли из полипропилена или политетрафторэтилена (ПТФЭ), для хранения реагентов.

---

1) Например, ELAN DRC II Perkin Elmer или аналогичная. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что обеспечивают получение таких же результатов.

2) Например, SC4-DX, Elemental Scientific, или аналогичный. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что обеспечивают получение таких же результатов.

4.11 Шприцы одноразовые пластиковые, вместимостью 10 см^3 с креплением типа Луэр Лок.

4.12 Фильтрующие насадки на шприц с мембранным фильтром диаметром пор 1 мкм[1)].

4.13 Стаканы лабораторные различной вместимости.

4.14 Магнитные перемешивающие элементы для магнитной мешалки размером 7,9 мм × 50 мм, или другого подходящего размера.

4.15 Мешалка магнитная с регулируемой скоростью перемешивания.

4.16 Трубки к перистальтическому насосу поливинилхлоридные внутренним диаметром 0,76 мм с двумя ограничителями, используемые для подачи раствора-носителя (см. 3.10.7).

4.17 Трубки к перистальтическому насосу поливинилхлоридные внутренним диаметром 0,38 мм с двумя ограничителями, используемые для подачи раствора внутреннего стандарта (см. 3.11.6).

5 Проведение испытания

5.1 Восстановление проб

Результат анализа всех порошкообразных проб, за исключением аттестованного стандартного образца NIST SRM 1849a, выражают по отношению к восстановленной пробе. Пробы готовых к употреблению продуктов анализируют без предварительного восстановления.

В емкость подходящей вместимости (например, 400 см^3), помещают точную навеску порошкообразной пробы массой (25 ± 0,01) г и регистрируют массу навески. Не обнуляя показания весов, добавляют воду до получения общей массы около 225 г. Регистрируют суммарную массу пробы и воды. В полученную смесь помещают магнитный перемешивающий элемент и перемешивают на магнитной мешалке до получения гомогенной суспензии. Срок годности полученного таким образом раствора пробы составляет 24 ч. Из восстановленной пробы отбирают пробу для анализа.

5.2 Приготовление пробы для анализа

При испытании восстановленных проб точную навеску восстановленной пробы массой около 6 г помещают в пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1) или массой около 12 г — в пробирку вместимостью 100 см^3 (см. 4.1).

При испытании аттестованного стандартного образца точную навеску образца NIST SRM 1849a массой около 0,5 г помещают в пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1) или массой около 1 г — в пробирку вместимостью 100 см^3 (см. 4.1).

При испытании готовых к употреблению продуктов точную навеску пробы массой около 1 г помещают в пробирку вместимостью 50 см^3 (см. 4.1) или массой около 2 г — в пробирку вместимостью 100 см^3 (см. 4.1).

Остаток лабораторной пробы готового к употреблению продукта помещают в герметично закрывающуюся емкость из темного полипропилена и хранят в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С. Срок годности этой лабораторной пробы — пять дней.

Под холостой раствор отводят не менее одной пробирки вместимостью 50 см^3 (см. 4.1) или вместимостью 100 см^3 (см. 4.1), которые далее будут использоваться в качестве сосудов для разложения проб. С холостым раствором (растворами) проводят те же операции, что и с пробами.

Дальнейшую процедуру испытания проводят по 5.3.

5.3 Добавление реагентов

В каждую пробирку с пробами для анализа вместимостью 50 см^3 добавляют 10 см^3 очищенной воды, а в каждую пробирку с пробами для анализа вместимостью 100 см^3 — 20 см^3 очищенной воды. К пробам для анализа, помещенным в пробирки вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 раствора гидроксида калия (см. 3.10.2), к пробам, помещенным в пробирки вместимостью 100 см^3 — 10 см^3 раствора гидроксида калия (см. 3.10.2).

[1)] Например, GMF-150 или ПТФЭ. Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что обеспечивают получение таких же результатов.

Пробирки укупоривают и взбалтывают или перемешивают с помощью миксера типа Вортекс. При этом пробирки не переворачивают, поскольку это может привести к прилипанию материала пробы к внутренним стенкам поверх уровня раствора для разложения проб.

Дальнейшую процедуру испытания проводят по 5.4 или 5.5.

5.4 Разложение проб в суховоздушном термостате

Подготовленные пробы подвергают разложению в термостате (см. 4.2), настроенном на поддержание температуры (105 ± 5) °С, до полного растворения йода, что занимает около 1 ч.

При выдерживании в термостате сосуды для разложения проб можно укупоривать плотно или не очень плотно. По истечении примерно половины заданного времени разложения (экстракции) каждый сосуд для разложения проб осторожно взбалтывают вручную.

После извлечения подвергнутых разложению проб из термостата добавляют по 1 $см^3$ концентрированного раствора стабилизатора (см. 3.10.3) в пробирки вместимостью 50 $см^3$ и по 2 $см^3$ этого раствора — в пробирки вместимостью 100 $см^3$. Растворы проб выдерживают для охлаждения до комнатной температуры. В качестве альтернативы сначала охлаждают растворы проб до комнатной температуры, после чего добавляют концентрированный раствор стабилизатора.

В зависимости от вместимости использованных сосудов для разложения объем растворов проб после разложения доводят до 50 $см^3$ или до 100 $см^3$ очищенной водой. Сосуды укупоривают, после чего переворачивают не менее трех раз для тщательного перемешивания.

5.5 Микроволновое разложение проб в открытых сосудах

Сосуды с пробами для разложения помещают в карусель микроволновой установки для разложения в открытых емкостях. При неполной загрузке карусели сосуды в ней распределяют равномерно. Пробы подвергают микроволновому разложению до полного растворения йода. Рекомендуемые параметры микроволнового разложения в открытых сосудах приведены в таблице 5.

Приведенные в таблице 5 параметры обеспечили удовлетворительные результаты при определении йода методом [1] в аттестованном стандартном образце NIST SRM 1849a (см. 3.8.3), представляющем собой смесь для детского питания. В данном эксперименте были использованы установки для микроволнового разложения CEM MARS 5[1)] и CEM MARS 6[1)]. Если количество сосудов для разложения проб будет меньше указанного в таблице 5 минимального числа этих сосудов, может произойти перегрев, что приведет к потере пробы или повреждению. При количестве сосудов больше рекомендуемого разложение проб может быть неполным.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При использовании микроволновой установки необходимо следить, чтобы сосуды для разложения проб не были плотно укупорены во избежание их разрыва или не перегревались во избежание их расплавления.

Таблица 5 — Параметры микроволнового разложения проб в открытых сосудах

Число сосудов вместимостью 50 $см^3$	Мощность, Вт	Затраты мощности на разложение проб, % от подаваемой мощности	Продолжительность разложения, мин
6	400	10	5
	400	20	6
	400	20	7
От 12 до 18	400	25	10
	400	40	10
24	400	25	10
	400	40	10
	400	65	10

[1)] Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

В процессе разложения проб крышки сосудов для разложения должны быть слегка ослаблены (по сравнению с состоянием, когда они плотно завинчены). В качестве альтернативы вместо ослабления крышек в них просверливают узкие отверстия (диаметром около 3 мм). В этом случае крышки можно завинчивать плотно, но избыточное давление при этом будет сбрасываться. Крышки можно использовать повторно после промывки в кислоте.

После извлечения разложенных проб из установки для микроволнового разложения в сосуды вместимостью 50 см^3 вносят 1 см^3 концентрированного раствора стабилизатора, а в сосуды вместимостью 100 см^3 — 2 см^3 этого раствора. Растворы проб выдерживают для охлаждения до комнатной температуры.

Примечание — Допускается сначала охладить растворы проб до комнатной температуры, после чего добавить концентрированный раствор стабилизатора.

В зависимости от вместимости использованных сосудов для разложения проб объем растворов проб после разложения доводят до 50 см^3 или до 100 см^3 очищенной водой. Сосуды укупоривают, после чего переворачивают не менее трех раз для тщательного перемешивания.

5.6 Фильтрование растворов проб

Каждый раствор пробы фильтруют путем заполнения одноразового шприца раствором пробы после разложения, присоединения шприцевого мембранного фильтра диаметром пор 1 мкм и последующей фильтрации достаточного количества раствора (например, не менее 5 см^3) в подходящую емкость (например, полипропиленовую центрифужную пробирку или виалу автосамплера) для последующего анализа.

Фильтрация растворов проб может проходить затруднительно. В этих случаях может потребоваться замена использованного мембранного фильтра на новый. Для облегчения фильтрации раствор пробы перед фильтрованием выдерживают в покое в течение некоторого времени (например, 1 ч).

Растворы проб после разложения можно хранить при комнатной температуре неограниченно долго, то есть в течение того времени, пока анализ соответствующих холостых растворов и (или) растворов контрольных проб показывает удовлетворительные результаты.

5.7 Разбавление растворов проб

Аликвоту фильтрата каждого раствора пробы объемом 5 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и разбавляют до 10 см^3 раствором для разбавления (см. 3.10.5). Все растворы проб рекомендуется анализировать с указанным предварительным разбавлением (5 см^3 раствора пробы разбавляют до 10 см^3).

5.8 Параметры работы прибора ИСП-МС

Применение указанных ниже параметров показало удовлетворительные результаты с использованием системы ИСП-МС Perkin Elmer ELAN DRC II[1)]

- режим анализа: стандартный (STD);
- газ: аргон высокой чистоты (не менее 99,998 %);
- раствор для промывки: 0,1 % Triton / 1 % гидроксид аммония в очищенной воде;
- число элементарных сканирований (свипов) на одно считывание: 20;
- число считываний на одно измерение (реплику): 1;
- число повторных измерений (реплик): 3;
- расход газа-распылителя: ежедневная оптимизация;
- расход вспомогательного газа: 1,2 дм^3/мин;
- расход плазмообразующего газа: 15,00 дм^3/мин;
- напряжение на линзе: ежедневная оптимизация;
- радиочастотная мощность для ИСП: 1500 Вт;
- скорость работы перистальтического насоса: подбор оптимальной скорости.

[1)] Это пример подходящего изделия, доступного в коммерческой сети. Эта информация приведена для удобства пользователей этого стандарта и не является рекламной поддержкой указанного изделия. Допускается использовать аналогичные изделия, если может быть доказано, что они обеспечивают получение таких же результатов.

Допускается использовать аналогичную систему ИСП-МС. Параметры работы приборов других изготовителей оптимизируют для обеспечения соответствия требованиям к их минимальной повседневной точности. Все анализы выполняют в стандартном режиме работы прибора (использование реакционного газа или газа для соударений не требуется или допускается).

5.9 Кондиционирование системы ввода пробы

Проводят кондиционирование системы ввода пробы спектрометра ИСП-МС путем многократного анализа раствора для кондиционирования (см. 3.10.6) с одновременным вводом раствора внутреннего стандарта (например, через узел смешивания или Т-образный соединительный элемент) в течение примерно 1 ч. Раствор внутреннего стандарта вводят с помощью перистальтического насоса с использованием поливинилхлоридной трубки к насосу внутренним диаметром 0,38 мм, имеющей два ограничителя. По окончании кондиционирования начинают распыление раствора-носителя (см. 3.10.7), при этом продолжают вводить раствор внутреннего стандарта. Далее анализируют растворы проб. Раствор для промывки (см. 3.10.4) должен иметься в достаточном количестве и быть готовым для использования для того, чтобы в промежутках между анализами промывать линию подачи анализируемого раствора и систему ввода пробы.

Если на приборе ИСП-МС обычно анализируют кислотные растворы проб, перед кондиционированием проводят тщательную очистку всей системы ввода пробы. Фоновый сигнал для йода и внутреннего стандарта должен быть относительно стабилен (то есть не увеличиваться и не уменьшаться). Рекомендуется по возможности использовать для данного анализа отдельный комплект отбирающего и отделяющего конусов (самплер и скиммер). Анализ кислотных растворов (например, содержащих азотную кислоту) с применением того же комплекта конусов, что и для анализа йода, может привести к необходимости увеличения времени кондиционирования или получению повышенного уровня фонового сигнала. Рекомендуется перед градуировкой прибора провести анализ нескольких (например, не менее шести) растворов разложенных проб с последующим кондиционированием.

Некоторые свойства раствора для разложения проб (например, присутствие в нем гидроксида калия) и присутствие органического материала в растворах проб могут обусловливать необходимость дополнительного технического обслуживания прибора (по сравнению с обычным анализом кислотных растворов). Может оказаться необходимой более частая очистка линз или линзовой системы. После очистки может потребоваться повторное кондиционирование.

5.10 Градуировка прибора ИСП-МС

В дополнение к нулевому градуировочному раствору используют градуировочные растворы массовой концентрации йода 0,250 нг/см^3, 0,500 нг/см^3, 1,00 нг/см^3, 10,0 нг/см^3, 50,0 нг/см^3 и 100 нг/см^3. Проводят градуировку прибора ИСП-МС с использованием автосамплера или вручную. Используют линейный тип градуировочного графика с заданием принудительного прохождения через точку, соответствующую нулевому градуировочному раствору. При установлении градуировочной характеристики должны быть использованы результаты анализа всех градуировочных растворов. Для успешного выполнения анализа принципиально важно постоянное наблюдение за уровнем фона во время измерений. Стабильность фонового сигнала может быть прослежена по результатам анализа нулевого градуировочного раствора для оперативного контроля стабильности фона (см. 5.12).

5.11 Анализ растворов проб

Методом ИСП-МС проводят анализ каждого раствора разложенной пробы, разбавленного из расчета аликвоты объемом 5 см^3 и конечного объема разбавления 10 см^3.

При проведении межлабораторных испытаний (см. приложение А) было использовано разбавление аликвоты раствора пробы объемом 5 см^3 до 10 см^3. Разбавление растворов проб уменьшает матричную нагрузку на плазму и может сократить частоту проведения технического обслуживания прибора (например, очистки конусов). Для других случаев пробы, подвергнутые разложению в растворе гидроксида калия массовой концентрации 50 г/дм^3, можно анализировать без разбавления или разбавленными (при необходимости) настолько, чтобы концентрация йода в них находилась в пределах диапазона градуировки. Для разбавления раствора пробы в другой пропорции аликвоту фильтрата помещают в мерную емкость подходящего объема и разбавляют до требуемого объема раствором для разбавления (см. 3.10.5).

5.12 Оценка приемлемости результатов анализа

Градуировочный график должен включать в себя точку, соответствующую холостому градуировочному раствору. Градуировочный график считается приемлемым, если он получен с коэффициентом корреляции (r) не менее 0,998.

Градуировочный график признается приемлемым, если результаты измерения массовой концентрации йода в каждом градуировочном растворе, рассчитанные по градуировочному графику, находятся в диапазоне от 90 % до 110 % от предполагаемой массовой концентрации йода в этих растворах.

Аналитический сигнал, получаемый при анализе раствора йода массовой концентрации 0,250 нг/см^3, должен превышать аналитический сигнал, соответствующий нулевому градуировочному раствору, не менее, чем в 1,5 раза.

Для наблюдения за уровнем фонового сигнала нулевой градуировочный раствор для оперативного контроля фонового сигнала (раствор типа CCB) анализируют после проведения градуировки, после каждых 10 анализов растворов проб и после анализа последнего раствора пробы в серии растворов проб. Раствор типа CCB должен содержать те же матричные компоненты и в той же их концентрации, что и градуировочные растворы. Уровень фонового сигнала считается приемлемым, если измеренная концентрация йода в этом растворе не превышает 30 % от концентрации йода в градуировочном растворе самой низкой концентрации.

С каждой серией проб готовят не менее одного холостого раствора точно таким же образом, как и растворы проб. Результаты анализа серии растворов проб признаются приемлемыми, если измеренная концентрация йода в холостом растворе не превышает 30 % от концентрации йода в градуировочном растворе самой низкой концентрации. Для проверки приемлемости градуировочной характеристики и оперативной оценки точности выполнения измерений прибором используют рабочий стандартный раствор для оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики (раствор типа CCV), приготовленный из исходного стандартного образца, отличного от того, который был использован для приготовления градуировочных растворов. Анализ раствора типа CCV проводят по завершении градуировки, после каждых 10 анализов растворов проб и после анализа последнего раствора пробы в серии растворов проб. Раствор типа CCV должен содержать те же матричные компоненты и в той же их концентрации, что и градуировочные растворы. Результат оперативного контроля приемлемости градуировочной характеристики признается удовлетворительным, если измеренная концентрация йода в растворе типа CCV находится в диапазоне от 90 % до 110 % от ее предполагаемой величины.

6 Обработка результатов

В пробах, восстановленных перед проведением испытания, массовую долю йода рассчитывают по формуле

$$\rho_i = \frac{(c \cdot V) \cdot d}{m_s \cdot 10}, \quad (1)$$

где ρ_i — массовая доля йода в пробе, восстановленной до готовности к употреблению, мкг/100 г;

c — массовая концентрация йода в растворе пробы, определенная по градуировочному графику, нг/см^3;

V — конечный объем раствора пробы после разложения, см^3;

d — коэффициент разбавления (если разбавление не применялось, d = 1);

m_s — масса навески восстановленной пробы, использованной при приготовлении раствора пробы для анализа, г.

В пробах, испытанных без предварительного восстановления, массовую долю йода рассчитывают по формуле

$$\rho_i = \frac{(c \cdot V) \cdot d}{m \cdot 10}, \quad (2)$$

где ρ_i — массовая доля йода в пробе, мкг/100 г;

c — массовая концентрация йода в растворе пробы, определенная по градуировочному графику, нг/см^3;

V — конечный объем раствора пробы после разложения, см^3;

d — коэффициент разбавления (если разбавление не применялось, d = 1);

m — масса навески пробы, использованной при приготовлении раствора пробы для анализа, г.

7 Прецизионность

7.1 Результаты межлабораторных испытаний

Для оценки характеристик прецизионности данной методики проведены межлабораторные испытания в соответствии с ISO 5725-2 и Согласованным Протоколом по проведению межлабораторных испытаний для оценки характеристик прецизионности методов анализа AOAC-IUPAC.

Для областей массовой доли аналита и типов матриц, отличающихся от указанных в приложении А, значения характеристик прецизионности метода могут отличаться от значений, полученных в результате проведенных межлабораторных испытаний.

7.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными одним методом на идентичном объекте испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать предел повторяемости r более чем в 5 % случаев.

7.3 Воспроизводимость

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 более чем в 5 % случаев.

Приложение А
(справочное)

Данные по прецизионности метода

Данные, приведенные в таблице А.1, опубликованы в 2015 г. [2] и получены в результате межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с ISO 5725-2 [2] и Согласованным Протоколом по проведению межлабораторных испытаний для оценки характеристик прецизионности методов анализа [4].

Более подробная информация о валидации методики может быть получена по ссылке gost.e-ecolog.ru iso/20647

Таблица А.1 — Данные по прецизионности методики определения йода

Испытываемый образец	1[a]	2[b]	3[c]	4[d]	5[e]	6[f]	7[g,i]
Год проведения межлабораторных испытаний	2014	2014	2014	2014	2014	2014	2014
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	13	11	11	13	11	11	12
Число выбросов (лабораторий)[k]	0	2	2	0	2	2	1
Среднее значение $\bar{x}$, мкг/100 г[i]	5,48	12,4	18,5	5,45	3,47	7,03	1,24
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/100 г	0,262	0,313	0,693	0,226	0,135	0,137	0,010
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мкг/100 г	0,507	0,945	1,39	0,626	0,278	0,503	0,067
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	4,78	2,53	3,75	4,16	3,87	1,94	0,77
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	9,25	7,62	7,54	11,5	8,01	7,15	5,42
Предел повторяемости r ($r = 2,8s_r$), мкг/100 г	0,734	0,876	1,94	0,633	0,378	0,384	0,028
Предел воспроизводимости R ($R = 2,8s_R$), мкг/100 г	1,42	2,65	3,89	1,75	0,778	1,41	0,188
Индекс Горвица HorRat в соответствии с библиографической ссылкой [5]	1,06	0,98	1,03	1,31	0,85	0,85	0,35

[a] Готовая к употреблению адаптированная смесь для искусственного вскармливания детей раннего возраста, на молочной основе — образец 1.

[b] Порошкообразная адаптированная смесь для искусственного вскармливания детей раннего возраста, на соевой основе.

[c] Порошкообразная адаптированная смесь для искусственного вскармливания детей раннего возраста, на молочной основе.

[d] Готовая к употреблению адаптированная смесь для искусственного вскармливания детей раннего возраста, на молочной основе — образец 2.

[e] Порошкообразная смесь для детского питания.

[f] Смесь для энтерального питания для взрослых с низким содержанием жира.

[g] Аттестованный образец сравнения NIST SRM 1849a.

[i] Результаты выражены в мкг/100 г для восстановленного продукта.

[j] Результаты выражены в мг/кг.

[k] Результаты, определенные как выбросы, в статистических расчетах не использовались.

Библиография

[1] AOAC INTERNATIONAL Official Method 2012.15 Determination of Total Iodine in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula by Inductively Coupled Plasma — Mass Spectrometry (ICP-MS) First Action 2012

[2[OMA 2012.15, *Determination of Total Iodine in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula by Inductively Coupled Plasma — Mass Spectrometry (ICP-MS): Collaborative Study*

[3] ISO 5725-2:1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2 : Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method[1)]

[4] AOAC International. AOAC Official Methods Program, Associate Referee's Manual on development, Study, Review, and Approval Process. Part IV AOAC Guidelines for Collaborative Studies, 1995, pp. 23—51

[5] Thompson M. Recent Trends in Inter-Laboratory Precision at ppb and sub-ppb Concentrations in Relation to Fitness for Purpose Criteria in Proficiency Testing. Analyst (Lond.). 2000, 125 pp. 385—386

[1)] Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

УДК 613.22:664:543.51.006.354 МКС 67.050

Ключевые слова: смеси адаптированные для искусственного вскармливания детей раннего возраста, смеси для энтерального питания для взрослых, определение общего йода, метод масс-спектрометрии индуктивно-связанной плазмы

БЗ 6—2018/79

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 10.08.2018. Подписано в печать 21.08.2018. Формат 60×84⅛ Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
123001 Москва. Гранатный пер., 4. www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru