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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO 20649— 2018**

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

## Определение содержания хрома, селена и молибдена. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)

(ISO 20649/IDF 235:2015, 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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Федеральный исследовательский центр питания и биотехнологии» (ФГБНУ «ФИЦ питания и биотехнологии») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии 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 30 мая 2018 г. № 109-П)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 августа 2018 г. № 515-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 20649—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 20649/IDF 235:2015 «Смеси адаптированные для искусственного вскармливания детей раннего возраста и смеси для энтерального питания взрослых. Определение содержания хрома, селена и молибдена. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)» [«Infant formula and adult nutritionals — Determination of chromium, selenium and molybdenum — Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)», IDT].

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты», подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» и Международной молочной федерацией (IDF) в сотрудничестве с AOAC INTERNATIONAL

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 (www.gost.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 Оборудование и лабораторная посуда . . . 2
5 Проведение испытания . . . 2
5.1 Подготовка пробы . . . 2
5.2 Приготовление испытуемого раствора . . . 3
5.3 Проведение измерений . . . 4
6 Расчеты . . . 5
7 Контроль качества результатов измерений . . . 5
7.1 Линейность . . . 5
7.2 Предел количественного определения (ПКО) . . . 5
7.3 Подбор матрицы с метанолом . . . 5
7.4 Эффекты легко ионизируемых элементов (*EIEs*) . . . 5
7.5 Специфичность . . . 5
7.6 Точность . . . 5
7.7 Прецизионность . . . 6
7.8 Устойчивость и робастность . . . 6
7.9 Воспроизводимость . . . 6
Приложение А (справочное) Данные по прецизионности . . . 7
Библиография . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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

## Определение содержания хрома, селена и молибдена. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)

Infant formula and adult nutritionals.
Determination of chromium, selenium and molybdenum. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

**Дата введения — 2019—09—01**

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Применение настоящего стандарта может включать использование веществ, оборудования и осуществление манипуляций, опасных для жизни. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и охраны здоровья, а также установление соответствующих ограничений по применению настоящего стандарта несет пользователь.**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения хрома, селена и молибдена в смесях для детского питания и взрослых с применением масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS).

## 2 Сущность метода

Анализируемую пробу нагревают с азотной кислотой в микроволновой системе для минерализации пробы в закрытом контейнере при 200 °С. Анализируемый раствор, содержащий минерализованную пробу, или его соответствующее разведение вносят в масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС), предварительно откалиброванный подкисленными стандартными калибровочными растворами. Ионизирующий буфер (калийный) применяется для минимизации эффектов легко ионизируемых элементов (*EIEs*), метанол добавляется для нормализации содержания углерода, а германий и теллур используются в качестве внутренних стандартов. Допускается совместное проведение анализов Cr/Mo/Se с одновременным определением любого или всех следующих элементов: Na, K, P, Mg, Ca, Fe, Zn, Cu, Mn. Ионизирующий буфер не добавляется, если калибровочные стандарты уже содержат Na, K, Mg и/или Ca [1].

## 3 Реактивы и материалы

Во время проведения анализа, если не указано иное, используются только реагенты признанной степени чистоты и дистиллированная или деионизированная вода или вода эквивалентной чистоты.

3.1 Вода очищенная, 18 МОм/см.

3.2 Кислота азотная концентрированная ($HNO_3$), 65—70 %, для анализа следов металлов.

3.3 Перекись водорода ($H_2O_2$), 30 %, х. ч.

3.4 Метанол, чистота ≥ 99,99 %, особо чистый для подбора матрицы.

**Издание официальное**

3.5 Раствор калия в азотной кислоте, с массовой концентрацией $\rho$ = 10 000 мг/дм$^3$ для подбора матрицы.

Раствор калия может быть заменен многоэлементными стандартами, которые содержат калий, при условии, что одновременно определяются также другие основные элементы.

**3.6 Стандартные образцы**

3.6.1 Многоэлементный стандартный раствор*, содержащий Cr, Mo, Se, в азотной кислоте, $\rho_{Cr}$ = 2 мг/дм$^3$, $\rho_{Mo}$ = 2 мг/дм$^3$ и $\rho_{Se}$ = 1 мг/дм$^3$ или эквивалентный.

3.6.2 Многоэлементный стандартный раствор*, содержащий Ge, Te, в азотной кислоте, $\rho_{Ge}$ = 5 мг/дм$^3$ и $\rho_{Te}$ = 5 мг/дм$^3$ или эквивалентный.

3.6.3 Стандартный эталонный образец** или другой подходящий стандартный эталонный образец, служащий в качестве контроля для этого анализа.

**3.7 Приготовление стандартных растворов**

Готовят промежуточные рабочие растворы из стандартных растворов с концентрацией 40 нг/см$^3$ для Cr и Mo и 20 нг/см$^3$ для Se с использованием мерных пипеток для приготовления стандартов (см. 6.6). Возможно использование базового стандартного раствора смеси элементов в азотной кислоте. Готовят три многоэлементных рабочих стандартных раствора, содержащих 0,8; 4,0 и 20 нг/см$^3$ Cr и Mo и 0,4; 2,0 и 10 нг/см$^3$ Se, а также раствор сравнения, с внутренними стандартами Ge и Te с концентрацией 50 нг/см$^3$, в $HNO_3$. Раствор Ge используется в качестве внутреннего стандарта для Cr и Mo, а раствор Te используется для Se.

## 4 Оборудование и лабораторная посуда

4.1 Система пробоподготовки микроволновая. Используют готовую микроволновую систему пробоподготовки, предназначенную для лабораторного использования при температуре от 0 до 300 °С с герметично закрывающимися контейнерами и регулируемой температурой. Подбирают контейнеры для разложения проб, которые будут выдерживать максимально возможное давление, так как пробы, а также карбонаты, могут способствовать значительному увеличению давления во время минерализации. Систему подключают к вытяжной вентиляции в соответствии с рекомендациями производителя.

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Во время работы микроволновой системы пробоподготовки горячий раствор кислоты находится под давлением. Используйте соответствующую защиту для лица и лабораторную одежду.**

4.2 ИСП-МС. Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП масс-спектрометр) с ячейками соударения и источником водорода и гелия.

4.3 Различная пластиковая лабораторная посуда и пипетки. Одноразовые пластиковые пробирки/пробирки для автосемплера для хранения растворов проб, мерные пипетки класса А для приготовления стандартов, дозатор переменного объема на 1000 мм$^3$ или фиксированного объема на 500 мм$^3$ для добавления внутренних стандартов, откалиброванные на используемый объем.

4.4 Весы лабораторные. Цена деления 0,0001 г.

## 5 Проведение испытания

**5.1 Подготовка пробы**

Готовят образцы смесей разведением около 25 г образца в 200 см$^3$ теплой очищенной воды (60 °С). Навеску 1,8 г восстановленного испытуемого раствора переносят в контейнер для разложения проб. Такая навеска представляет собой 0,2 г исходного образца смеси. 0,2 г эталонного образца SRM 1849a отвешивают непосредственно в контейнер для разложения проб. Жидкие пробы могут быть приготовлены путем взятия точной навески приблизительно 1 г анализируемого образца непосредственно

* Например High-Purity™ Standards — подходящий стандарт, доступный на коммерческой основе. Информация предоставляется для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой названного продукта. Могут быть использованы стандарты эквивалентного качества, если можно показать, что они приводят к таким же результатам.

** Стандартный эталонный образец SRM 1849a из Национального института стандартов и технологий (NIST).

в контейнер для разложения проб после перемешивания. Для проведения рекомендуемого одностадийного разложения проб (две стадии по программе микроволновой печи) добавляют 0,5 $см^3$ 5000 нг/$см^3$ раствора внутреннего стандарта Ge и Te при помощи дозатора, откалиброванного на используемый объем, для обеспечения по меньшей мере 0,8 % точности. Чтобы максимально использовать преимущество внутреннего стандарта и тем самым повысить надежность этого метода, не следует добавлять внутренние стандарты в режиме онлайн в ходе анализа. В контейнер для разложения проб добавляют 5 $см^3$ $HNO_3$ для анализа следов металлов, а затем 2 $см^3$ $H_2O_2$. Контейнеры для разложения проб запечатывают в соответствии с инструкциями производителя и помещают их в микроволновую систему пробоподготовки. Температуру повышают линейно — от температуры окружающей среды до 180 °С в течение 20 мин и поддерживают ее в течение 20 мин на этапе 1. На этапе 2 микроволновая система пробоподготовки автоматически переходит в температурный режим 200 °С через 20 мин и поддерживает его в течение 20 мин (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Параметры работы микроволновой системы пробоподготовки

| № п/п | Наименование этапа | Условия |
|---|---|---|
| Этап 1 — Разложение пробы | | |
| 1 | Мощность | 100 % (1600 Вт) |
| 2 | Линейный нагрев | 20 мин |
| 3 | Время удерживания | 20 мин |
| 4 | Температура | 180 °С |
| 5 | Охлаждение | 20 мин |
| Этап 2 — Разложение пробы | | |
| 1 | Мощность | 100 % (1600 Вт) |
| 2 | Линейный нагрев | 20 мин |
| 3 | Время удерживания | 20 мин |
| 4 | Температура | 200 °С |
| 5 | Охлаждение | 20 мин |

Для микроволновых систем пробоподготовки без двухступенчатой программы и там, где это более удобно, используют двухступенчатое разложение проб. Добавляют 0,5 $см^3$ 5000 нг/$см^3$ раствора внутреннего стандарта Ge и Te (при помощи откалиброванного дозатора, как указано выше) и 5 $см^3$ $HNO_3$ для анализа следов металлов. Внутренние стандарты в ходе анализа в режиме онлайн не добавляют. Температуру повышают от комнатной до 200 °С в течение 20 мин с соответствующими модели микроволновой печи настройками мощности и числом контейнеров. Охлаждают контейнеры в соответствии с инструкциями производителя, приблизительно 20 мин. Медленно открывают контейнеры, выпуская коричневые газы двуокиси азота.

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Вентиляция должна проводиться в вытяжном шкафу, так как $NO_2$ очень токсичен.**

Добавляют 1 $см^3$ $H_2O_2$ и повторно минерализуют пробу путем изменения температуры от комнатной до 180 °С в течение 15 мин. Температуру устанавливают на уровне 180 °С и выдерживают в течение 15 мин, затем охлаждают в течение 20 мин до комнатной (25 °С).

### 5.2 Приготовление испытуемого раствора

Добавляют приблизительно 20 $см^3$ очищенной воды к содержимому контейнера с подготовленными пробами и переносят в пробирку для образцов вместимостью 50 $см^3$. Ополаскивают контейнер и переносят промывные воды в пробирку. 0,5 $см^3$ метанола добавляют в пробирку для образцов и разбавляют до 50 $см^3$ очищенной водой. Метанол может быть добавлен непосредственно в пробу в количестве 1 % по объему.

### 5.3 Проведение измерений

В таблице 2 приведены параметры работы прибора в ходе анализа. Проводят анализ тестовых растворов с использованием ИСП МС-спектрометра, стандартизованного с применением указанных стандартных растворов. Ge используется как внутренний стандарт для Cr и Mo (плазмообразующий газ — гелий), а Te используется для Se (плазмообразующий газ — водород).

Режим работы с применением водорода в качестве плазмообразующего газа рекомендуется для определения низких уровней Se в смесях для детского питания, и в зависимости от модели прибора может оказаться невозможным легко переключаться между режимами гелия и водорода. В этом случае следуют инструкциям производителя прибора для перехода от гелиевого режима к водородному и анализируют Se отдельно от Cr и Mo. Следует проверить в отдельных экспериментах, что предел количественного определения (ПКО) для Se находится на уровне или ниже 10 нг/г при использовании альтернативного газа соударения/реакционного газа. Проводят анализ рабочих стандартных растворов Cr и Mo с концентрацией 4 нг/см$^3$ и Se с концентрацией 2 нг/см$^3$ или другого подходящего раствора для контроля качества с интервалом через 10 каждых проанализированных проб для контроля за изменением показаний прибора и линейностью. Результат должен быть в пределах 4 % от номинальной концентрации стандарта. Обязательно проводят: анализ пробы без образца (проводят анализ, как и в случае обычного образца, и его измеренная концентрация должна быть менее половины наименьшей концентрации калибровочного стандартного раствора), повторный анализ одного и того же образца [относительная процентная разница (*RPD*) ≤ в пределах 10 % для Cr, 7 % для Se и 5 % для Mo], анализ известных стандартных образцов, служащих в качестве контрольных образцов (проверка на извлекаемость в рамках контрольных пределов). Если какие-либо из этих проверок контроля качества не выполняются, результаты должны считаться недействительными. Порядок анализа должен быть следующим: анализ стандартных калибровочных растворов, затем следуют промывка, анализ пробы без образца, анализ стандартного образца, контрольного образца, анализируемой пробы, повторный анализ пробы (до 10 проб) и в заключение анализ стандартного образца.

Таблица 2 — Параметры работы ИСП масс-спектрометра

| Типичные условия работы прибора | |
|---|---|
| ВЧ-мощность, Вт | 1600 |
| ВЧ-напряжение, В | 1,8 |
| Глубина образца, мм | 9 |
| Напряжение первой линзы (экстрактора), В | 0 |
| Расход газа-носителя, дм$^3$/мин | 0,9 |
| Расход вспомогательного газа, дм$^3$/мин | 0,2 |
| Распылитель | Стеклянный концентрический[a] |
| Температура распылительной камеры, °C | 2 |
| Интерфейсные конусы | Ni |
| Расход He в ячейке, см$^3$/мин | 4,5 |
| Расход $H_2$ в ячейке, см$^3$/мин | 4,2 |
| Скорость работы насоса-распылителя, с$^{-1}$ | 0,1 (= 0,5 см$^3$/мин) |
| Аналит/внутренний стандарт/режим газа | $^{52}$Cr, $^{95}$Mo/$^{72}$Ge в режиме He<br>$^{78}$Se/$^{130}$Te в режиме $H_2$ |

[a] Например, «MicroMist». Это пример подходящего продукта, доступного на коммерческой основе. Информация предоставляется для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой названного продукта. Могут использоваться эквивалентные продукты, если они позволяют получать сходные результаты.

## 6 Расчеты

Коэффициенты отклика аналита по отношению к внутреннему стандарту измеряют при анализе многоэлементных рабочих стандартных растворов (см. 3.7), а наклон калибровочной кривой и пересечение автоматически вычисляют программным обеспечением с использованием невзвешенного линейного регрессионного анализа методом наименьших квадратов, чтобы получить наиболее подходящую линию. Затем в растворах образцов измеряют отношения отклика аналита к внутреннему стандарту, и расчетную концентрацию аналитического раствора умножают на соответствующий коэффициент разбавления, чтобы получить конечную концентрацию аналита в продукте.

## 7 Контроль качества результатов измерений

### 7.1 Линейность

Все калибровочные кривые строят с использованием невзвешенного линейного регрессионного анализа по методу наименьших квадратов и для каждой калибровочной кривой рассчитывают значения коэффициента корреляции (*r*). Каждую калибровочную кривую строят с использованием четырех многоэлементных стандартных растворов, включая контрольный стандартный раствор. Следует отметить, что все концентрации аналита в пробах находятся в линейном диапазоне калибровочной кривой и выше установленного нижнего предела линейности.

### 7.2 Предел количественного определения (ПКО)

ПКО — это наименьшая концентрация аналита в пробе, которая может быть надежно определена прибором. Значение ПКО обычно определяется путем умножения среднего стандартного отклонения (СО) результатов анализов 10 минерализованных пустых образцов на коэффициент 10, а инструментальный ПКО рассчитывается путем умножения инструментального ПО (предела обнаружения) на 3 (см. ссылку [2]). Однако в этом методе полезный или практический ПКО определяют как нижнее линейное предельное значение калибровочной кривой, поскольку точность и прецизионность измерений образцов ниже этого значения были бы неопределенными. Почти все обогащенные минералами пищевые продукты могут быть приготовлены с коэффициентом разбавления, так что Cr, Se и Mo будут присутствовать в аналитическом растворе с концентрацией выше ПКО.

### 7.3 Подбор матрицы с метанолом

Наличие углерода (органических соединений) в аналитических растворах вызывает усиление сигнала Se при анализе с помощью ИСП-МС (см. ссылки [3], [4], [5]). Для определения оптимальной концентрации метанола (источника углерода), необходимого для компенсации усиления сигнала Se, различные концентрации метанола добавляют как к калибровочным стандартным растворам, так и к минерализованным образцам.

### 7.4 Эффекты легко ионизируемых элементов (*EIEs*)

Многие пищевые продукты содержат значительные уровни *EIEs*, таких как Ca, Na, K и Mg. Поэтому для определения каких-либо изменений концентраций аналитов были проанализированы контрольные растворы и растворы, содержащие 4 нг/см$^3$ Cr и Mo и 2 нг/см$^3$ Se, как с *EIEs*, так и без них.

### 7.5 Специфичность

Специфичность метода заключается в его способности точно измерять аналит в присутствии других компонентов в матрице образца, которые могут вызывать спектральные помехи. Чтобы продемонстрировать специфичность метода, контрольные растворы без предварительной минерализации были дополнены многоэлементными растворами с концентрациями в пробах, которые являются репрезентативными для пищевых продуктов в случае ICP-MS анализа. Используют стандартный режим с применением в качестве плазмообразующего газа $H_2$ — для Se и He — для Cr и Mo.

### 7.6 Точность

Точность демонстрируют путем анализа трех стандартных эталонных материалов (*SRM*), полученных из *NIST,* в течение двух разных дней, измерения степени извлечения в 10 продуктах питания

в течение трех разных дней и сравнения результатов для 10 продуктов питания, полученных этим методом, с результатами, полученными другими валидированными методами — атомной эмиссионной спектроскопией с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС) (*ICP-AES*) и атомно-флуоресцентной спектрометрии (АФС) (*AFS*). Добавку аналитов проводят на уровне от 50 до 200 % от концентрации аналита в каждом продукте.

### 7.7 Прецизионность

Значения относительного стандартного отклонения (*RSD*) в течение дня и в разные дни определяют путем анализа нескольких пищевых продуктов и двух внутрилабораторных контрольных образцов. Прецизионность в течение дня определяют путем анализа образцов в двух повторностях в каждый день, а прецизионность в разные дни измеряют с использованием средних результатов повторных образцов, анализируемых каждый день в течение 10 разных дней.

### 7.8 Устойчивость и робастность

Для определения устойчивости метода лабораторные контрольные образцы анализировали два аналитика в течение 10 дней. Кроме того, образец SRM 1849, полученный из *NIST*, был проанализирован в трех повторностях с различной массой навески образца и с различными внутренними стандартами.

### 7.9 Воспроизводимость

Восемь лабораторий предоставили межлабораторный протокол испытания данного метода на семи пробах, представленных как слепые повторности (всего 14 образцов и контроль SRM 1849a, который был известен). Были представлены четыре страны и пять моделей *ICP-MS* от трех основных поставщиков. Результаты показали среднее *RSDR* 9,3 % для Cr, 5,3 % для Mo и 6,5 % для Se, со средним значением коэффициента Хорвитца 0,35 между всеми тремя аналитами и образцами.

## Приложение А
## (справочное)

## Данные по прецизионности

Данные, приведенные в таблице А.1, были получены в межлабораторном исследовании и опубликованы в 2015 году [6] в соответствии с [7] и гармонизированным протоколом AOAC-IUPAC для совместных исследовательских процедур с целью оценки точных характеристик метода анализа [8]. Метод продемонстрировал отличную производительность в восьми лабораториях, на семи повторностях двух образцов и пяти различных моделях ИСП масс-спектрометров. Номинально в этом исследовании участвовали восемь лабораторий, хотя для некоторых аналитов с некоторыми матрицами может быть менее восьми результатов из-за исключения резко отклоняющихся значений (Cr проанализировали на трех матрицах семь лабораторий, Mo проанализировали на двух матрицах семь лабораторий, а Se проанализировали все восемь лабораторий, предоставив по крайней мере один параллельный результат для всех матриц).

Более подробную информацию о проверке метода можно найти на странице gost.e-ecolog.ru org/iso/20649.

Таблица А.1 — Данные по прецизионности, полученные для хрома, молибдена и селена

| Проба[h] | 1[a] | 2[b] | 3[c] | 4[d] | 5[e] | 6[f] | 7[g] | Среднее |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Хром (ПКО = 20 нг/г) | | | | | | | | |
| Средний результат (нг/г) | 16 | 48 | 140 | 130 | 30 | 24 | < < 20 | |
| Повторяемость относительного стандартного отклонения, *RSDr*, % | 3,4 | 4,7 | 2,1 | 7,0 | 5,5 | 3,8 | < ПКО | 4,4 |
| Воспроизводимость относительного стандартного отклонения, *RSDR*, % | 12,1 | 7,1 | 5,8 | 8,1 | 9,2 | 13,4 | < ПКО | 9,3 |
| Значение коэффициента Хорвитца | 0,57 | 0,39 | 0,27 | 0,37 | 0,48 | 0,67 | < ПКО | 0,46 |
| Молибден (ПКО = 20 нг/г) | | | | | | | | |
| Средний результат (нг/г) | 33 | 63 | 190 | 150 | 30 | 18 | 20 | |
| Повторяемость относительного стандартного отклонения, *RSDr*, % | 1,0 | 1,6 | 1,2 | 1,0 | 3,3 | 1,7 | 3,3 | 1,9 |
| Воспроизводимость относительного стандартного отклонения, *RSDR*, % | 7,9 | 3,1 | 3,8 | 3,0 | 4,6 | 7,9 | 6,7 | 5,3 |
| Значение коэффициента Хорвитца | 0,42 | 0,18 | 0,19 | 0,14 | 0,24 | 0,38 | 0,33 | 0,27 |
| Селен (ПКО = 10 нг/г) | | | | | | | | |
| Средний результат (нг/г) | 24 | 30 | 133 | 93 | 24 | 23 | 27 | |
| Повторяемость относительного стандартного отклонения, *RSDr*, % | 6,1 | 5,9 | 4,7 | 2,3 | 3,8 | 6,4 | 2,4 | 4,5 |
| Воспроизводимость относительного стандартного отклонения, *RSDR*, % | 6,1 | 7,2 | 5,0 | 8,1 | 7,3 | 9,3 | 2,5 | 6,5 |

*Окончание таблицы А.1*

| Проба[h] | 1[a] | 2[b] | 3[c] | 4[d] | 5[e] | 6[f] | 7[g] | Среднее |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Значение коэффициента Хорвитца | 0,31 | 0,37 | 0,23 | 0,36 | 0,37 | 0,46 | 0,13 | 0,32 |

[a] Молочный белок для взрослых.
[b] Смесь сухая для взрослых, низкожировая.
[c] Смесь для взрослых, высокожировая, готовая к употреблению.
[d] Смесь для взрослых, высокобелковая, готовая к употреблению.
[e] Сухая детская смесь.
[f] Смесь аминокислот для детей.
[g] Сухая детская молочная смесь.
[h] Концентрации в образцах указаны на продукт, готовый к употреблению (25 г порошка, разведенного в 200 $см^3$ воды).

## Библиография


[1] AOAC INTERNATIONAL Official Method 2011.19 Determination of Chromium, Selenium, and Molybdenum in Infant Formula and Adult Nutritional Products by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) First Action 2011
(Официальный метод АОХА 2011.19 Определение хрома, селена и молибдена в детском питании и пищевых продуктах для взрослых с помощью индуктивно связанной плазмы в масс-спектрометрии (ICP-MS). Первая редакция, 2011)

[2] IUPAC. Pesticides report 36. Glossary of terms relating to pesticides (IUPAC Recommendations 1996). Pure Appl. Chem. 1996, 68 pp. 1167—1193
[ИЮПАК. Отчет о пестицидах 36. Глоссарий терминов, касающихся пестицидов (Рекомендации ИЮПАК 1996). Теоретическая и прикладная химия 1996, 68 стр., 1167—1193]

[3] Kralj P., Verber M. Investigations into Nonspectroscopic Effects of Organic Compounds in Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. Acta Chim. Slov. 2003, 50 pp. 633—644

[4] Gammelgaard B., Jons O. Determination of selenium in urine by inductively coupled plasma mass spectrometry: interferences and optimization. J. Anal. At. Spectrom. 1999, 14 pp. 867—874

[5] Feldmann I., Jakubowski N., Thomas C., Stuewer D. (1999) Fresenius' J. Anal. Chem. 365, 415—421 J. AOAC Int. 95, 588(2012), AOAC SMPR 2011.009, J. AOAC Int. 95, 297(2012)

[6] OMA 2011.19, Determination of Chromium, Selenium, and Molybdenum in Infant Formula and Adult Nutritional Products — Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry: Collaborative Study
(ОМА 2011.19. Определение содержания хрома, селена и молибдена в дестком питании и продуктах питания для взрослых. Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой: совместное исследование)

[7] 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 [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]*

[8] AOAC INTERNATIONAL. AOAC Official Methods Program, Associate Referee's Manual on development Study, Review, an Approval Process. Part IV AOAC Guidelines for Collaborative Studies, 1995, pp. 23—51
(АОХА. Программа официальных методов АОХА. Руководство по разработке, оценке, процессу утверждения. Часть IV. Рекомендации АОХА по совместным исследованиям, 1995. С. 23—51)


* Официальный перевод стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

УДК 613.22:664:543.544.5.068.7:006.354 МКС 67.050
67.120 IDT

Ключевые слова: масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, ИСП-МС, хром, селен, молибден, смеси адаптированные для искусственного вскармливания детей раннего возраста, смеси для энтерального питания взрослых

**БЗ 8—2018/22**

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 23.08.2018. Подписано в печать 03.09.2018. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
123001 Москва, Гранатный пер., 4. gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru