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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15111— 2015

Продукты пищевые

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Метод определения йода методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)

(EN 15111:2007, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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 научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 февраля 2015 г. № 75-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 мая 2016 г. № 356-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15111—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 15111:2007 «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Метод определения йода методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)» [«Foodstuffs — Determination of trace elements — Determination of iodine by ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)», IDT].

Европейский стандарт разработан Техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы» (Секретариат: DIN, Германия) при активном участии немецких специалистов.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

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

© Стандартинформ, 2016

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 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Приборы и оборудование 3
6 Отбор проб 3
7 Проведение анализа 4
8 Обработка результатов 5
9 Предел количественного определения 5
10 Прецизионность метода 6
11 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 8
Библиография 9

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

Продукты пищевые

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Метод определения йода методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)

Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of iodine by ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения йода в пищевых продуктах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS).

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN 13804 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Критерии характеристик, общие оценки и подготовка образца

3 Сущность метода

Соединения йода экстрагируются сильным щелочным реагентом при повышенной температуре. После удаления нерастворенных компонентов полученный раствор распыляется и ионизируется в индуктивно связанной аргоновой плазме. Ионы извлекаются из плазмы с помощью системы отбирающего и отделяющего конусов (самплер и скиммер), попадают в анализатор, где происходит отделение ионов с определенным отношением массы к заряду и детектирование интенсивности ионного потока.

Внимание! Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед использованием настоящего стандарта.

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Концентрация йода в реактивах и в используемой воде должна быть достаточно низкой для того, чтобы не повлиять на результаты анализа, например, растворы ТМАН могут быть различного качества. Для проведения анализа очень важно убедиться в том, что содержание йода является достаточно низким.

Издание официальное

4.2 Тетраметиламмония гидроксид (ТМАН = $(CH_3)_4$ NOH)

Раствор массовой концентрации ρ = 250 г/дм^3 (массовая доля w = 25 %), следовые количества йода в растворе для анализа не должны превышать 1 мкг/дм^3.

4.3 Раствор тетраметиламмония гидроксидаб разбавленный

Разбавленный раствор ТМАН применяют для получения нулевого калибровочного раствора, разбавления калибровочных растворов и разведения растворов проб (см. 7.3).

Для приготовления 0,5 % раствора ТМАН 1,0 см^3 раствора ТМАН (см. 4.2) разводят водой до 50 см^3.

4.4 Стандартные растворы

4.4.1 Общие положения

Готовые основные растворы могут быть использованы в качестве альтернативы растворам, описанным ниже.

4.4.2 Стандарный раствор йода ($KI0_3$), массовая концентрация ρ = 1000 мг/дм^3, степень чистоты: массовая доля основного вещества w > 99,5 %.

Растворяют 1,6864 г йодида калия в воде и разбавляют до 1 дм^3 водой.

4.4.3 Стандартный раствор теллура, массовая концентрация ρ = 1000 мг/дм^3.

Растворяют 1,2508 г диоксида теллура ($Te0_2$) в 4 моль/дм^3 соляной кислоте и разбавляют до 1 дм^3 водой.

4.5 Основные растворы

4.5.1 Основной раствор йода, массовая концентрация ρ = 10 мг/дм^3.

Пипеткой помещают 1 см^3 основного раствора йода (см. 4.4.2) в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят до метки водой. Раствор стабилен в течение четырех недель. Используют для приготовления калибровочных растворов по 4.6.

4.5.2 Основной раствор теллура (внутренний стандарт)

Теллур применяют в качестве внутреннего стандарта для определения йода, поскольку он имеет молекулярную массу, находящуюся в сопоставимом диапазоне и энергию ионизации, сходную с энергией йода. Исходное содержание теллура в анализируемом образце должно быть незначительным. Если это не так, то используют другой подходящий внутренний стандарт.

Приготовление основного раствора теллура массовой концентрации 10 мг/дм^3: с помощью пипетки берут 1 см^3 стандартного раствора теллура (см. 4.4.3), помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки. Раствор стабилен в течение четырех недель.

4.6 Калибровочные растворы йода

4.6.1 Общие положения

Концентрации калибровочных растворов, приведенные ниже, даны в качестве примера и могут быть изменены в соответствии с чувствительностью прибора и требуемым диапазоном концентраций. Линейный диапазон детекторной системы не должен быть превышен.

Внутренний стандарт, добавляемый в калибровочные растворы, должен иметь достаточно высокую концентрацию для достижения стабильной скорости счета детектора. Калибровочные растворы, нулевой калибровочный раствор и растворы проб должны содержать одно и то же количество внутреннего стандарта.

Концентрация ТМАН в калибровочных растворах должна быть такой же, что и в растворе пробы.

4.6.2 Калибровочный раствор 1 массовой концентрации ρ = 5 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 30 см^3 разбавленного раствора ТМАН (см. 4.3). Пипеткой добавляют в колбу 2,5 см^3 основного раствора теллура (см. 4.5.2) и перемешивают. К полученной смеси добавляют 25 мм^3 основного раствора йода (см. 4.5.1) и доводят до метки разбавленным раствором ТМАН (см. 4.3).

4.6.3 Калибровочный раствор 2 концентрации ρ = 20 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 30 см^3 разбавленного раствора ТМАН (см. 4.3). Пипеткой добавляют в колбу 2,5 см^3 основного раствора теллура (см. 4.5.2) и перемешивают. К полученной смеси добавляют 100 мм^3 основного раствора йода (см. 4.5.1) и доводят до метки разбавленным раствором ТМАН (см. 4.3).

4.6.4 Калибровочный раствор 3 массовой концентрации ρ = 50 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 30 см^3 разбавленного раствора ТМАН (см. 4.3). Пипеткой добавляют в колбу 2,5 см^3 основного раствора теллура (см. 4.5.2) и перемешивают. К полученной смеси добавляют 250 мм^3 основного раствора йода (см. 4.5.1) и доводят до метки разбавленным раствором ТМАН (см. 4.3).

Калибровочные растворы должны быть свежеприготовленными.

4.7 Нулевой калибровочный раствор (бланк), содержащий воду и такое же количество ТМАН и внутреннего стандарта, как раствор пробы

Для приготовления в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 30 см^3 разбавленного раствора ТМАН (см. 4.3). Пипеткой добавляют в колбу 2,5 см^3 основного раствора теллура (см. 4.5.2), перемешивают и доводят до метки разбавленным раствором ТМАН (см. 4.3).

5 Приборы и оборудование

5.1 Общие положения

Для того чтобы свести к минимуму загрязнение, все материалы, которые имеют непосредственный контакт с пробой, должны быть предварительно тщательно обработаны разбавленным раствором ТМАН (см. 4.3), а затем промыты водой.

5.2 Колбы газонепроницаемые герметичные из стекла или кварца вместимостью от 30 до 100 см^3*.

В качестве альтернативы могут быть использованы газонепроницаемые герметичные пластиковые сосуды, которые способны выдерживать температуру не менее 110 °С [например, изготовленные из полипропилена, полиэтилена высокой плотности или полифлуоропроизводных материалов (например, PFA)].

Примечание — Если пластиковую колбу используют повторно, то существует риск загрязнения. В частности, если в них экстрагируют образцы, имеющие достаточно высокое содержание йода.

5.3 Шприцы пластиковые вместимостью от 5 до 25 см^3, предпочтительно с креплением иглы**.

5.4 Ультрацентрифуга, используют в качестве альтернативы 5.3, имеющая ускорение не менее 10 000 g, оснащенная соответствующими роторами или адаптерами для размещения газонепроницаемых герметичных сосудов.

5.5 Фильтры мембранные, используют в качестве дополнительного устройства для шприцов.

5.5.1 Фильтр мембранный, размер пор 5 мкм, с устанавливаемым на шприц фильтродержателем, не используют в случае использования ультрацентрифуги (см. 5.4).

5.5.2 Фильтр мембранный, размер пор 0,45 мкм или менее, с устанавливаемым на шприц фильтродержателем для шприцов 5.3. Целесообразнее использовать мембранные фильтры с встроенными предварительными фильтрами.

Примечание — Мембранные фильтры в зависимости от производителя или от номера партии иногда могут влиять на измерения.

5.6 Шкаф сушильный, способный поддерживать температуру (90 ± 3) °С.

5.7 ICP-масс-спектрометр (ICP-MS) с индуктивно связанной плазмой в составе блока ионизации, кварцевой горелки, камеры распыления, распылителя, устройства подачи пробы и желательно с автоматическим отбором проб.

5.8 Емкости для автоматического пробоотборника.

6 Отбор проб

6.1 Общие положения

Для отбора проб должны быть соблюдены условия по EN 13804.

---

* Например, колба Эрленмейера с пластмассовой навинчивающейся крышкой и с PTFE-прокладкой вместимостью 100 см^3. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других колб с аналогичными характеристиками.

** Например, Луер Лок. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других шприцов с аналогичными характеристиками.

6.2 Процедура отбора проб

Для того чтобы предотвратить любые изменения содержания йода в промежутке времени между отбором и анализом проб, образцы должны храниться и охлаждаться в плотно закрывающейся емкости или в оригинальной посуде, избегая воздействия света и длительного контакта с воздухом.

7 Проведение анализа

7.1 Подготовка анализируемой пробы

Отобранную пробу гомогенизируют с использованием соответствующего оборудования, избегая чрезмерного нагрева. Размер частиц нерастворимых в воде сухих образцов не должен превышать 0,3 мм.

7.2 Экстракция йода

Взвешивают с точностью до 1 мг приблизительно от 100 до 500 мг пробы (см. 7.1) (в пересчете на сухое вещество) и помещают в колбу (см. 5.2), затем добавляют 5 $см^3$ воды и тщательно перемешивают для предотвращения агломерации частиц. Затем добавляют 1 $см^3$ раствора ТМАН (см. 4.2), тщательно перемешивают, плотно закрывают колбу и помещают ее на три часа в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры (90 ± 3) °С. После охлаждения количественно переносят содержимое в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и доводят до метки водой. Для удаления грубых частиц аликвоты фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 5 мкм, отбрасывая первые 3–5 капель. Частицы также могут быть удалены центрифугированием (см. 5.4) на скорости 10 000 g не менее 15 мин. Необходимость проведения данной процедуры возникает только в том случае, если проба быстро приводит к забиванию фильтра 0,45 мкм.

Фильтрат или супернатант помещают в пластиковый шприц и пропускают его через фильтр 0,45 мкм, отбрасывая первые 3—5 капель фильтрата. Экстракт содержит 1 % раствор ТМАН. Измерение полученного раствора должно быть выполнено в течение одного дня.

Для приготовления холостой пробы выполняют все операции по 7.2 со всеми реактивами без навески образца.

Примечание — Фильтрат может быть мутным, если продукт содержит крахмал. Некоторые пищевые продукты, например водоросли, содержат вещества, которые очень сильно затрудняют фильтрацию. В таких случаях должны быть использованы мембранные фильтры с встроенными предварительными фильтрами. Некоторые пробы, имеющие склонность к пенообразованию, довести до 25 $см^3$ затруднительно.

7.3 Подготовка растворов проб и холостых растворов

К аликвоте экстракта пробы, полученной по 7.2, добавляют раствор внутреннего стандарта (см. 4.5.2); концентрация ТМАН должна быть одинаковой в растворе пробы, в холостом растворе и в калибровочных растворах.

Раствор проб готовят, помещая с помощью пипетки 500 $мм^3$ основного раствора теллура (см. 4.5.2) в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ и добавляя 5 $см^3$ экстракта пробы (см. 7.2), все это смешивают и доводят водой до метки (коэффициент разбавления равен двум).

7.4 Проведение измерений с помощью ICP-MS

7.4.1 Общие положения

Данная процедура требует достаточного количества опыта эксплуатации и оптимизации прибора.

7.4.2 Подготовка прибора

В зависимости от типа используемой камеры распыления полнота отмывания внутренних поверхностей от растворов йода может существенно различаться. Распылительная камера с небольшой площадью внутренней поверхности будет отмываться быстрее (обладает меньшим эффектом памяти). Для промывки системы ввода пробы может быть использован разбавленный раствор гидроксида тетраметиламмония, как в 4.3. Время промывки камеры распыления между подачей растворов проб может быть достаточно большим для того, чтобы удалить загрязнения от предыдущей пробы (эффект памяти).

Для оптимизации тестовой системы используют раствор йода, например, калибровочный раствор 3 (см. 4.6.4).

Измерение концентрации йода проводят по молекулярной массе 127. Измерение концентрации внутреннего стандарта теллура можно проводить по молекулярным массам 125, 126, 128. Предпочтительно использовать массу 125, так как если используется аргон недостаточно чистый, то на молекулярных массах 126 и 128 могут присутствовать интерференции за счет загрязнения ксеноном.

Для определения йода важно, чтобы получаемый отклик по массе 127 был стабилен. В связи с тем, что материал трубок для подачи образца может обладать эффектом памяти, необходима тщательная промывка системы кислотными растворами или раствором ТМАН от йода, содержащегося в предыдущей пробе. Как правило, время промывки составляет 1—3 часа. В качестве альтернативы может использоваться замена трубок подачи образца.

7.4.3 Калибровка

Подготавливают нулевой калибровочный раствор (см. 4.7) и калибровочные растворы йода (см. 4.6), измеряют каждую точку калибровки не менее трех раз. Используя эти точки, калибруют прибор в зависимости от концентрации, как указано производителем, с учетом внутреннего стандарта, и получают калибровочный график.

Метод стандартных добавок может быть полезен для комплексных матриц. В случае большой серии проб с одной и той же матрицей метод добавок при калибровке также может быть использован.

7.4.4 Проведение измерения

После того как прибор был откалиброван, анализируют холостой раствор и раствор пробы. При проведении анализа образцов с высокими концентрациями йода нужно обеспечить достаточную промывку перед началом анализа следующего раствора пробы. Степень промывки камеры можно проверить с помощью измерения сигнала нулевого калибровочного стандарта.

Необходимо убедиться в том, что наклон калибровочного графика является постоянным через определенные промежутки времени (например, после анализа десяти проб), путем измерения калибровочного раствора и при необходимости повторно калибровать систему.

Интенсивность сигнала по анализируемым массам уменьшается при увеличении общего содержания солей в растворе пробы. Если интенсивность сигнала в растворе пробы отличается от интенсивности сигнала в калибровочных растворах не более чем на 30 %, то для компенсации влияния матрицы достаточно использовать внутренний стандарт.

Концентрация внутреннего стандарта и раствора ТМАН должна быть одинаковой для растворов проб и калибровочных растворов.

8 Обработка результатов

Массовую долю йода w (в пересчете на йодид), в миллиграммах на килограмм массы пробы, вычисляют по формуле:

$$W = \frac{p \cdot F \cdot V}{m}, \qquad (1)$$

где p — содержание йода в растворе пробы, мкг/см^3;

F — коэффициент разбавления раствора пробы;

V — объем экстракта, см^3;

m — исходная масса пробы, мг.

9 Предел количественного определения

В соответствии с EN 13804 ICP-масс-спектрометр должен быть пригоден для определения 0,5 мкг/дм^3 йода в растворе, не содержащем матрицы. Этот предел количественного измерения в значительной степени зависит от чистоты ТМАН и стабильности сигнала от холостого раствора во время измерения. Для пищевых продуктов предел количественного измерения находится в сильной зависимости от количества матриц, присутствующих в растворе пробы. При использовании 250 мг пробы расчетное значение предела количественного определения составляет 0,1 мг/кг. В случае высокого содержания матрицы раствор пробы необходимо разбавить, что приведет к увеличению предела количественного измерения. Данные значения приведены для информации. Каждая лаборатория с помощью приведенного метода должна определить предел количественного измерения с учетом собственных специфических лабораторных условий и инструментария.

10 Прецизионность метода

10.1 Общие положения

В ходе межлабораторных испытаний на образцах: почка свиньи, готовый к употреблению молочный пудинг, соевый продукт, филе трески, йодированная соль и морские водоросли, были получены следующие данные. Определение общего содержания йода (спектрометрическое определение после разложения [2], ICP-MS-анализ после сжигания в кислороде [3] или после разложения азотной кислотой/соляной кислотой), проведенное параллельно в трех лабораториях, не выявило существенного отличия от приведенного в настоящем стандарте метода экстракции.

Подробности межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения характеристик метода, полученные в ходе межлабораторных испытаний, могут быть не действительны для иных уровней концентрации и матриц, чем те, что указаны в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными при помощи применения одного и того же метода на идентичных материалах исследования в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим одно и то же оборудование в течение краткого периода времени, не должна превышать более чем в 5 % случаев предела повторяемости *r*, приведенного в таблице 1.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными при помощи применения одного и того же метода на идентичном материале в разных лабораториях разными операторами, использующими различное оборудование, не должна превышать более чем в 5 % случаев предела воспроизводимости *R*, приведенного в таблице 1.

Таблица 1 — Среднее значение, повторяемость и воспроизводимость

Диетическое питание	*x*	*r*	*R*
	Все данные приведены в мг/кг		
Почка свиньи	0,158	0,033	0,083
Готовый к употреблению молочный пудинг	0,691	0,152	0,256
Соевый продукт	1,257	0,132	0,238
Филе трески	4,15	0,09	1,04
Йодированная соль	19,8	3,57	8,45
Морские водоросли	40,1	1,0	7,0

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
- результаты испытаний и единицы измерения, в которых приведены результаты;
- дату и метод отбора проб (если он известен);
- дату окончания проведения испытания;
- информацию о выполнении требований к повторяемости результатов;
- все детали проведения испытания, не оговоренные в настоящем стандарте или не считающиеся обязательными, которые могли повлиять на конечный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в 1998 и 2004 годах рабочей группой «Сбалансированная диета. Анализ следовых элементов» при Комиссии бывшего Федерального ведомства Германии по защите прав потребителей и безопасности пищевых продуктов по исполнению статьи 35 Федерального закона Германии о пищевых продуктах, а также рабочей группой «Неорганические компоненты», которая являлась исследовательской группой подразделения «Общество пищевой химии» Германского сообщества химиков в результате межлабораторных испытаний. Межлабораторные испытания были проведены и обработаны в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2. Полученные результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Статистические результаты межлабораторных испытаний

Параметр	Свиные почки	Готовый к употреблению молочный пудинг	Соевый продукт	Филе трески	Йодированная соль	Морские водоросли
Количество лабораторий	12	13	13	13	13	12
Количество выбывших лабораторий	1	0	1	0	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбывших	11	13	12	13	12	11
Среднее значение ($\bar{x}$) (мг/дм^3)	0,158	0,69	1,26	4,15	19,8	40,1
Стандартное отклонение повторяемости (S_r) (мг/дм^3)	0,012	0,05	0,05	0,03	1,3	0,37

Таблица А.2 — Точность результатов

Образец	Значение, полученное в результате анализа, мг/кг	Рекомендуемое значение, мг/кг	95 % доверительный интервал, мг/кг	Z-показатель (Z-Score) [5]
Свиные почки BCR 186	0,158	0,14	0,01	1,5
Готовый к употреблению молочный пудинг	0,69	0,68	0,06	0,3
Соевый продукт	1,26	1,29	0,05	0,9
Филе трески BCR 422	4,15	4,48	0,45	–1,3

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 13804:2002	IDT	ГОСТ EN 13804—2013 «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности методик выполнения измерений, общие положения и способы подготовки проб»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] Fecher P., Goldmann I. и Nagengast A.: Ж. Анал. Атомная спектрометрия, 1998: 13. 977—982

[2] Wiechen A. и Kock B.: Фрезениус Ж. Анал. Химии, 1984: 319, 569—572

[3] Knapp G., Maichin B., Fecher P., Hasse S. and Schramel P.: Фрезениус Ж. Анал. Химии, 1998 508—513

[4] Fecher P., Walther C и Sondermann J.: Немецкая кухня Рундшау. 1999: 95, 133—142

[5] NMKL Процедура No. 9: Оценка результатов, полученных из анализа сертифицированных справочных материалов (2001). Северный Комитет по методам анализа пищевых продуктов. C/o Национальный ветеринарный институт, Ящик 8156 Деп., 00 Осло, Норвегия

[6] ISO 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

[7] ISO 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

[8] Montaser A.: Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, 1998: Wiley-VCH.Baumann, H.: Fresenius Z. Anal. Chem, 1990: 338, 809—812

УДК 664.543.51:006.354 МКС 67.050 IDT

Ключевые слова: пищевые продукты, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS), определение йода

Редактор *Л.Л. Штендель*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *С.В. Косторновой*

Сдано в набор 30.05.2016. Подписано в печать 12.08.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,63.

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

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru