



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 15111—
2015

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВАЯ

Определение следовых элементов.

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



(EN 15111:2007, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 10782

27 февраля 2015 г.



Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2-2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 75-П от 27 февраля 2015 г.)

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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту EN 15111:2007 Foodstuffs – Determination of trace elements- Determination of iodine by ISP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Метод определения йода методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS).

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

Перевод с английского языка (en).

Сведения о соответствии межгосударственного стандарта ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международного стандарта, на который дана ссылка, имеются в национальном органе по стандартизации указанных выше государств.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в соответствии с особенностями межгосударственной системы стандартизации.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

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 -

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 (сэмплер 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.

4.2 Тетраметиламмония гидроксид (ТМАН = (CH₃)₄ NOH)

Раствор массовой концентрации $\rho = 250$ г/л (массовая доля $w = 25\%$), следовые количества йода в растворе для анализа не должны превышать 1 мкг / л.

4.3 Разбавленный раствор тетраметиламмония гидроксида б

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

Для приготовления 0,5% раствора ТМАН 1,0 мл раствора ТМАН (по п. 4.2) разводят водой до 50 мл.

4.4 Стандартные растворы

4.4.1 Общие положения

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

4.4.2 Стандартный раствор йода (KI₀₃), массовая концентрация $\rho = 1\ 000$ мг/л, степень чистоты: массовая доля основного вещества $w > 99,5\ %$.

Растворяют 1,6864 г калия йодида в воде и разбавляют до 1 л водой.

4.4.3 Стандартный раствор теллура, массовая концентрация $\rho = 1\ 000$ мг/л.

Растворяют 1,2508 г диоксида теллура (TeO₂) в 4 моль/л соляной кислоте и разбавляют до 1 л водой.

4.5 Основные растворы

4.5.1 Основной раствор йода, массовая концентрация $\rho = 10$ мг/л.

Пипеткой помещают 1 мл основного раствора йода (4.4.2) в мерную колбу объемом 100 мл и доводят до метки водой. Этот раствор стабилен в течение примерно четырех недель. Используется для приготовления калибровочных растворов по п. 4.6

4.5.2 Основной раствор теллура (внутренний стандарт)

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

Основной раствор теллура массовой концентрации 10 мг/л готовят следующим образом: с помощью пипетки берут 1 мл стандартного раствора теллура (4.4.3), помещают его в мерную колбу объемом 100 мл и доводят до метки водой. Этот раствор стабилен в течение примерно 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 приблизительно такой же, что и в растворе пробы.

4.6.2 Калибровочный раствор 1, массовая концентрация $\rho = 5$ мкг/л.

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

4.6.3 Калибровочный раствор 2, массовая концентрация $\rho = 20$ мкг/л.

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