

---

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

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
ISO 14377—  
2014

---

## МОЛОКО СГУЩЕННОЕ КОНСЕРВИРОВАННОЕ

Определение содержания олова.  
Метод атомной абсорбционной спектрометрии  
с применением графитовой печи

(ISO 14377:2002/IDF 168:2002, IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2016

## 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 Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Межгосударственным техническим комитетом МТК 534 «Обеспечение безопасности сельскохозяйственной продукции и продовольственного сырья на основе принципов НАССР» на основе собственного перевода на русский англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 сентября 2016 г. № 1209-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 14377—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14377:2002/IDF 168:2002 «Консервированное сгущенное молоко. Определение содержания олова. Метод атомной абсорбционной спектроскопии с применением графитовой печи» («Canned evaporated milk — Determination of tin content — Method using graphite furnace atomic absorption spectrometry», IDT).

Международный стандарт ISO 14377:2002/IDF 168:2002 разработан Техническим комитетом ISO/TC 3 «Пищевые продукты», подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» и Международной федерацией молочной промышленности (IDF) совместно с Международной ассоциацией химиков-аналитиков (АОАС).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на международные стандарты актуализированы.

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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

**Поправка к ГОСТ ISO 14377—2014 Молоко сгущенное консервированное. Определение содержания олова. Метод атомной абсорбционной спектроскопии с применением графитовой печи**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Сноска * к таблице ДА.1	* ГОСТ Р ИСО 52501—2005 (ИСО 3696:1987)	* ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987)

(ИУС № 5 2017 г.)

## МОЛОКО СГУЩЕННОЕ КОНСЕРВИРОВАННОЕ

## Определение содержания олова.

## Метод атомной абсорбционной спектроскопии с применением графитовой печи

Canned evaporated milk. Determination of tin content. Method using graphite furnace atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2017—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием графитовой печи для определения содержания олова в консервированном сгущенном (стерилизованном) молоке. Стандарт применяется при содержании олова не более 5 мг/кг.

## 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание олова в консервированном сгущенном молоке** (tin content of canned evaporated milk): Массовая доля олова, определенная в соответствии с методом, изложенным в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание олова выражается в миллиграммах на килограмм.

## 4 Сущность метода

Проба разбавляется в соотношении 1:100 водой, далее разбавляется (1:1) с 15 %-ным раствором аскорбиновой кислоты (матричный модификатор). Атомная абсорбция измеряется при длине волны 286,3 нм электротермическим (графитовая печь, атомизация от стенки трубки) атомно-абсорбционным спектрометром.

Результаты определяют при помощи градуировочного графика, полученного измерением градуировочных растворов, подготовленных в разбавленном в соотношении 1:100 (сгущенном) молоке с очень низким содержанием олова [бутилированном (сгущенном) молоке], далее разбавленном (1:1) 15 %-ным раствором аскорбиновой кислоты. В качестве альтернативы возможно применение атомизации на платформе, с дигидрофосфатом аммония  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  и нитратом магния  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  в качестве матричного модификатора.

## 5 Реактивы

Применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа», содержащие только следовые количества олова.

5.1 Вода, соответствующая классу 2 по ISO 3696.

5.2 Соляная кислота (HCl), концентрированная,  $\rho_{20}$  (HCl) = 1,15 г/см<sup>3</sup> («Чистый без примеси»<sup>1)</sup> компании Мерк или его эквивалент).

### 5.3 Градуировочные растворы олова

5.3.1 Основной раствор олова, имеющий содержание олова (Sn) 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

Используют доступный в продаже препарат (Бейкер № 6943<sup>1)</sup> или его эквивалент).

5.3.2 Рабочий градуировочный раствор олова, с содержанием олова (Sn) 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Отмеряют пипеткой 10 см<sup>3</sup> основного раствора олова (см. 5.3.1) в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> (см. 6.3). Добавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (см. 5.2). Разбавляют до метки водой (см. 5.1) и перемешивают.

#### 5.3.3 Рабочий градуировочный раствор олова в разбавленном (сгущенном) молоке

Используют бутилированное сгущенное молоко, соответствующее пробам консервированного молока для анализа по содержанию жира и сухого вещества. Обеспечивают однородность бутилированного (сгущенного) молока непосредственно перед использованием.

Пипеткой отмеряют 1 см<sup>3</sup> бутилированного сгущенного молока в каждую из пяти мерных колб объемом 100 см<sup>3</sup> (см. 6.3). Добавляют около 80 см<sup>3</sup> воды (см. 5.1).

Затем пипеткой отмеряют в пять мерных колб 0, 100, 200, 500 и 10000 мм<sup>3</sup> соответственно рабочего градуировочного раствора олова (см. 5.3.2). Разбавляют до метки с водой и осторожно перемешивают.

Свежий рабочий градуировочный раствор олова в разбавленном сгущенном молоке готовят ежедневно.

Если бутилированное сгущенное молоко недоступно, то необходимо отобрать такое количество сырого молока, чтобы концентрация сухих веществ молока в рабочих градуировочных растворах и испытываемых растворах была одинаковой.

#### Примечания

1 Учитывая, что количество сгущенного молока в каждой из пяти мерных колб с меткой равно 1,00 г, количество олова в рабочем градуировочном растворе соответствует содержанию олова в исходном неразведенном продукте 0; 10; 20; 50 и 100 мг/кг, соответственно.

2 См. также 6.5, если необходимо использовать атомизацию на платформе.

### 5.4 Раствор матричного модификатора I с содержанием аскорбиновой кислоты (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>) 150 г/дм<sup>3</sup>

Растворяют 15 г аскорбиновой кислоты (№ 127 Мерк<sup>1)</sup> или эквивалент) в воде (см. 5.1) в мерной колбе (см. 6.3). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

### 5.5 Раствор матричного модификатора II с содержанием дигидроортофосфата (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) 0,2 мг и нитрата магния [Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] 0,01 мг на 10 мм<sup>3</sup> раствора

Примечание — Раствор используют в случае варианта атомизации на платформе.

Растворяют 2,0 г NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Олдрих № 20400-5<sup>1)</sup> или его эквивалент) и 0,173 г Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O (Мерк № 5855<sup>1)</sup> или эквивалент) в мерной колбе на 100 см<sup>3</sup> (см. 6.3). Разбавляют до метки водой (см. 5.1) и перемешивают.

## 6 Аппаратура и материалы

Хранят чистую стеклянную посуду в 10 %-ном (по массе) растворе азотной кислоты (HNO<sub>3</sub>). До использования три раза промывают стеклянную посуду бидистиллированной водой и высушивают. Хранят в обеспыленной среде.

Используют лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Аналитические весы специального класса I.

6.2 Водяная баня, допускающая поддержание температуры от 40 °С до 60 °С.

<sup>1)</sup> Чистый без примеси Мерк № 127 и № 5855, Бейкер № 6943 и Олдрих № 20400-5 являются примерами соответствующих продуктов, доступных в продаже. Настоящая информация приведена для удобства пользователей настоящим стандартом.

6.3 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

6.4 Дозирующие пипетки с регулируемым объемом от 50 до 200 мм<sup>3</sup> и от 200 до 1000 мм<sup>3</sup>, с пластиковыми наконечниками.

6.5 Атомно-абсорбционный спектрометр, оснащенный следующим:

- электротермическим атомизатором (графитовая печь);
- автосамплером с пробирками для образцов (около 2 см<sup>3</sup>);
- лампой с полым катодом для олова или безэлектродной газоразрядной лампой;
- системой коррекции фона;
- трубками (кюветами), покрытыми пиролитическим графитом;
- аргоном;
- устройством для измерения площади пика;
- записывающим устройством или принтером.

Использование пиролитических трубок (ламп), покрытых графитом, приводит к немного завышенным сигналам, чем использование необработанных трубок. Вместо атомизации от стенки трубки допускается применение атомизации на платформе. В таком случае использование аскорбиновой кислоты как матричного модификатора невозможно, вследствие накопления углеводородистых осадков на платформе. Вместо этого используют 10 мм<sup>3</sup> раствора NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> и Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (см. 5.5) как матричного модификатора. Если выбран метод платформы, испытуемые и градуировочные растворы не разбавляют 1:1 15 %-ным раствором аскорбиновой кислоты (см. 9.3). Таким образом, рабочие градуировочные растворы олова в 5.3.3 должны содержать 0,5 г сгущенного молока на 100 см<sup>3</sup>, для этого необходимо отмерить пипеткой 0,5 см<sup>3</sup> сгущенного молока вместо 1 см<sup>3</sup>. Также добавляют следующие количества: 0, 50, 100, 250 и 500 мм<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора олова (см. 5.3.2) в пять мерных колб объемом 100 см<sup>3</sup> (см. 6.3) для приготовления рабочего градуировочного раствора олова в разбавленном сгущенном молоке, как 5.3.3.

## 7 Отбор проб

Настоящий стандарт не устанавливает метод отбора проб. Рекомендованный метод отбора проб приведен в [1].

Важно, чтобы лаборатория получила пробу, которая действительно представительна и не повреждена и изменена при транспортировке или хранении.

Хранят пробу так, чтобы не допустить ухудшения и изменения ее состава, не допустить загрязнения оловом.

## 8 Подготовка лабораторной пробы

8.1 Контейнер тщательно встряхивают, переворачивая несколько раз. Открывают и переливают содержимое в другой контейнер (изготовленный из стекла или пластика и снабженный герметичной крышкой), хорошо очищенный перед использованием. Необходимо снять весь жир и другие компоненты, налиплие к стенкам первого контейнера, и добавить к пробе. Тщательно перемешивают, помешивая ложкой или шпателем, и закрывают контейнер.

8.2 Нагревают закрытый контейнер на водяной бане (см. 6.2), при температуре 40 °С—60 °С. Снимают и встряхивают контейнер каждые 15 мин. Снимают контейнер после 2 ч и охлаждают до температуры окружающей среды. Снимают крышку и тщательно перемешивают, помешивая ложкой или шпателем. Не допускается использовать для смешивания ложки или шпатель, содержащие олово.

Не допускается оставлять пробу в первом контейнере после открытия, поскольку это может привести к повышению содержания олова.

Примечание — Если не добавить жир, результаты будут искажены.

## 9 Метод определения

### 9.1 Анализируемая проба

Взвешивают с точностью до 1 мг (1,0 ± 0,1) г лабораторной пробы в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup> (см. 6.3). Доводят водой до метки (см. 5.1) и, осторожно перемешивая, доводят до однородного состояния.

При необходимости используют атомизацию на платформе, взвешивают с точностью до 1 мг ( $0,5 \pm 0,05$ ) г лабораторной пробы в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup> (см. 6.3). Доводят водой до метки и доводят до однородного состояния.

### 9.2 Запуск и установочные параметры измерительного оборудования

Подключают атомно-абсорбционный спектрометр к источнику питания, по меньшей мере, за 30 мин до начала измерений. Регулируют параметры прибора в соответствии с инструкциями производителя. В качестве атомно-абсорбционного спектрометра может быть рекомендован Perkin-Elmer Zeeman/3030<sup>1)</sup>, оборудованный атомизатором — графитовой печью HGA-600<sup>1)</sup>, безэлектродной газоразрядной лампой и автосамплером AS-60<sup>1)</sup>, со следующими установочными параметрами:

Электрическое напряжение лампы . . . . . 8 В;  
 Длина волны . . . . . 286,3 нм;  
 Ширина щели . . . . . 0,7 нм;  
 Газ оболочки . . . . . аргон.

Инжектируемый объем равен 20 мм<sup>3</sup>. Измеряют все градуировочные и испытуемые растворы три раза. При атомизации (этап 4, см. таблицу 1) измеряют площадь пика поглощения (скорректированную с учетом фонового поглощения).

**П р и м е ч а н и е** — Пониженный расход газа 50 см<sup>3</sup>/мин на этапе 4 является компромиссом между требованиями чувствительности и линейности.

При использовании атомизации на платформе используют такой же режим, как в таблице 1, за исключением того, что после каждого ввода анализируемого или градуировочного раствора вводят 10 мм<sup>3</sup> раствора матричного модификатора II (см. 5.5) (см. 6.5).

**П р и м е ч а н и е** — Режим атомизатора — графитовой печи — может потребовать регулирования при применении другого типа прибора.

Т а б л и ц а 1 — Режим атомизатора — графитовой печи

Номер этапа	Температура печи, °C	Время, с		Внутренний расход газа, мл/мин	Считывание
		Линейное возрастание	Выдерживание		
1	90	20	10	300	—
2	120	20	10	300	—
3	800	15	15	300	—
4	2200	0	3	50	+
5	2650	1	5	300	—

### 9.3 Приготовление градуировочных растворов и анализируемого раствора

Пипеткой отмеряют 0,75 см<sup>3</sup> раствора матричного модификатора I (см. 5.4) в пробирку автосамплера. Используют пипетку с тем же пластиковым наконечником для добавления 0,75 см<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора олова (см. 5.3.3), содержащего 0 мм<sup>3</sup> стандарта олова.

Смешивают, отбирая 0,75 см<sup>3</sup> из пробирки при помощи пипетки тем же пластиковым наконечником и вводя обратно в пробирку. Повторяют эту процедуру дважды. Это нулевой градуировочный раствор.

Готовят таким же образом градуировочные растворы из оставшихся рабочих градуировочных растворов олова (см. 5.3.3) в разбавленном сгущенном молоке и анализируемый раствор из рабочей части (см. 9.1).

При использовании пробирок автосамплера вместимостью менее или более 2 см<sup>3</sup> регулируют объем рабочего градуировочного раствора, анализируемого раствора и раствора аскорбиновой кислоты, поскольку важно получить смеси рабочего градуировочного раствора или анализируемого раствора 1:1 с раствором аскорбиновой кислоты. Хорошо перемешивают полученные смеси.

<sup>1)</sup> Это пример подходящего оборудования, доступного в продаже. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.



Если применяют атомизацию на платформе, добавление раствора аскорбиновой кислоты пропускают. Вводят около  $1,5 \text{ см}^3$  каждого рабочего градуировочного раствора и анализируемого раствора в пробирку автосамплера. Наполняют одну или несколько пробирок альтернативным раствором матричного модификатора II (см. 5.5).

Если атомно-абсорбционный спектрометр также оборудован автосамплером, имеющим устройства для автоматического добавления раствора матричного модификатора и выполнения стандартных добавок, необходимо использовать настоящие устройства для разбавления испытуемого раствора 1:1 раствором аскорбиновой кислоты в графитовой трубке, а также для градуирования методом стандартных добавок (вместо подготовки градуировочных графиков посредством измерения градуировочных растворов в разбавленном, не содержащем олова, сгущенном молоке). В последнем случае следует проверить, чтобы не происходил выход за пределы линейного диапазона градуировочного графика.

#### 9.4 Проведение анализа

9.4.1 Расставляют пробирки с готовыми растворами (см. 9.3) в автосамплер таким образом, чтобы первым измерялся нулевой раствор, затем другие четыре градуировочных раствора, за которыми следует анализируемый раствор. Измеряют все растворы трижды и регистрируют площади пиков поглощения, скорректированных на фоновое поглощение. Затем еще раз измеряют четыре градуировочных раствора.

Градуировочный график должен быть линейным по содержанию олова в исходных неразбавленных растворах до  $100 \text{ мг/кг}$ . Пробы, показывающие превышение конечного поглощения более чем на 10 % выше самого высокого градуировочного, должны быть разбавлены двукратно и измерены вновь. Проверяют, чтобы разбавленный анализируемый раствор содержал  $75 \text{ г/дм}^3$  аскорбиновой кислоты. В этом случае также регулируют количество сгущенного молока в разбавленном анализируемом растворе добавлением соответствующего объема бутилированного сгущенного молока, использованного для приготовления градуировочных растворов.

Присутствие аскорбиновой кислоты в растворах приводит к накоплению остаточных углеводов в графитовой трубке. После серии от 50 до 100 вспышек осторожно очищают внутреннюю часть трубки небольшим шпателем.

9.4.2 Вследствие слабых сигналов абсорбции прецизионность результатов проб, содержащих менее  $20 \text{ мг/кг}$  олова, невысока. При необходимости более точных результатов для таких случаев используют какую-либо другую процедуру, коротко выделяя следующее: взвешивают с точностью до  $1 \text{ мг}$  ( $2,0 \pm 0,2$ ) г анализируемой пробы вместо  $1 \text{ г}$  в соответствии с 9.1. При использовании атомизации на платформе взвешивают ( $1,0 \pm 0,1$ ) г вместо  $0,5 \text{ г}$ . Применяют остановку газа (нет внутреннего потока газа) на этапе атомизации. Готовят отдельный градуировочный график для проб с низким содержанием олова использованием разбавленных растворов бутилированного сгущенного молока с введенным оловом, соответствующим содержанию  $0, 5, 10$  и  $20 \text{ мг/кг}$  в неразведенной пробе.

#### 9.5 Построение градуировочного графика

Находят разницу между средним значением площади пика нулевого градуировочного раствора (см. 9.3) и средним значением площади пика для градуировочных растворов, измеренных до и после анализируемого раствора.

**Примечание** — Площадь пика для нулевого градуировочного раствора должна быть практически нулевой.

Рассчитывают средние значения площадей пиков поглощения, скорректированных по поглощению нулевого градуировочного раствора, измеренных для градуировочных растворов до и после анализируемых растворов.

Строят график зависимости среднего значения площади пика поглощения от соответствующего содержания олова в неразбавленном образце ( $10, 20, 50$  и  $100 \text{ мг/кг}$ ) или альтернативно рассчитывают градуировочную регрессионную прямую линейной зависимости методом наименьших квадратов.

## 10 Расчет и выражение результатов

### 10.1 Расчет

Преобразовывают средние значения площади пика для анализируемого раствора на анализируемую пробу  $1,000 \text{ г}$  (для атомизации на платформе  $0,500 \text{ г}$ ) по формуле

$$A_c = \frac{A_s - A_{bl}}{m}, \quad (1)$$

где  $A_c$  — преобразованная средняя площадь пика для анализируемого раствора, спектральная поглощательная способность в секунду;

$A_s$  — средняя площадь пика из трех измерений анализируемого раствора, спектральная поглощательная способность в секунду;

$A_{bl}$  — средняя площадь пика из трех измерений нулевого градуировочного раствора, спектральная поглощательная способность в секунду;

$m$  — масса анализируемой пробы, г (см. 9.1).

При процедуре атомизации на платформе умножают  $m$  на 2.

Находят содержание олова в анализируемой пробе, выраженное в миллиграммах на килограмм, соответствующее  $A_c$ , непосредственно по градуировочному графику, или рассчитывают содержание олова из уравнения регрессии.

## 10.2 Выражение результатов

Результаты округляют до первого десятичного знака.

## 11 Точность

### 11.1 Межлабораторное испытание

Значения для пределов повторяемости и воспроизводимости были получены из результатов межлабораторного испытания, выполненного в соответствии с [2], [3]. Подробности межлабораторного испытания по прецизионности и точности метода приводятся в [5]. Значения, полученные из настоящего межлабораторного испытания, не могут применяться к диапазонам концентрации и матрицам, за исключением приведенных.

**П р и м е ч а н и е** — [4] предоставляет специальное руководство для межлабораторных испытаний по методам анализа молочных продуктов. Он основан на [2] и [3].

### 11.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами анализа, полученными при использовании одинакового метода на идентичном испытательном материале в одной лаборатории одним оператором при использовании одинакового оборудования за короткий период времени не более чем в 5 % случаев, может превышать 7 % среднеарифметического значения двух результатов.

### 11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя единичными результатами анализа, полученными при использовании одинакового метода на идентичном испытательном материале в разных лабораториях разными операторами при использовании различного оборудования не более чем в 5 % случаев, может превышать 19 % среднеарифметического значения двух результатов.

## 12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;
- все рабочие детали, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся дополнительными, совместно с деталями любых инцидентов, которые могли повлиять на результаты анализа;
- полученные результаты анализа;
- конечный полученный результат, если была проверена повторяемость.

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
ISO 3696:1987	—	*
*Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».		

## Библиография

- [1] ISO 707:2008 Milk and milk products — Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)
- [2] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)
- [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 (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)
- [4] IDF 135 Milk and milk products — Precision characteristics of analytical methods — Outline of collaborative study procedure (Молоко и молочные продукты. Характеристики прецизионности аналитических методов. Содержание процедуры совместного исследования)
- [5] International Dairy Federation. Bull. Int. Dairy Fed., 306, 1995, pp. 20—22 (Международная федерация молочной промышленности. Бюллет. межд. федер. молочн. пром., 306, 1995, стр. 20—22)
- [6] ELLEN G. De Ware(n)-Chemicus, 8, 1978, pp. 220—226 (Эллен Г. Продукты. Химия, 8, 1978, стр. 220—226)
- [7] ITAMI T., EMA M., AMANO H. and KAWASAKI H. J. Anal. Tox., 15, 1991, pp. 119—122 (Итами Т., Эмма М., Аmano Х. и Кавасаки Х., 15, 1991, стр. 119—122)

УДК 637.07:006.35

МКС 67.100.10

IDT

Ключевые слова: консервированное сгущенное (стерилизованное) молоко, метод атомной абсорбционной спектроскопии с применением графитовой печи, определение содержания олова

Редактор Д.А. Мезинова

Технический редактор В.Н. Прусакова

Корректор Е.Д. Дульнева

Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой

Сдано в набор 29.09.2016. Подписано в печать 05.10.2016. Формат 60×84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.

Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28. Тираж 36 экз. Зак. 2451.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru

info@gostinfo.ru

**Поправка к ГОСТ ISO 14377—2014 Молоко сгущенное консервированное. Определение содержания олова. Метод атомной абсорбционной спектроскопии с применением графитовой печи**

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Сноска * к таблице ДА.1	* ГОСТ Р ИСО 52501—2005 (ИСО 3696:1987)	* ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987)

(ИУС № 5 2017 г.)