ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56633— 2015

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пчеловодства» (ФГБНУ «НИИ пчеловодства»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2015 г. № 1525-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2020 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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)

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

Bee products.
Atomic absorption method for determination of arsenic

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пчеловодства и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли мышьяка в диапазонах измерений, указанных в таблице 4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12871 Асбест хризотиловый — хризотил. Общие технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 21179 Воск пчелиный. Технические условия

ГОСТ 21204 Горелки газовые промышленные. Общие технические требования

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25629 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 28886 Прополис. Технические условия

ГОСТ 28887 Пыльца цветочная (обножка). Технические условия

ГОСТ 28888 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 31776 Перга. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р 52097—2003 Продукты пчеловодства. Минерализация проб для определения токсичных элементов

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3698:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54644 Мед натуральный. Технические условия*

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 25629, ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4 Требования безопасности проведения работ

4.1 При работе в лаборатории необходимо соблюдать все правила техники безопасности и производственной санитарии: пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004, электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019, при работе с химическими реактивами — по ГОСТ 12.1.007, иметь средства пожаротушения — по ГОСТ 12.4.009.

4.2 Помещение, в котором проводится выполнение испытаний, должно соответствовать санитарным правилам проектирования оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1-го и 2-го классов опасности, органическими растворителями, должно быть снабжено вентиляционной системой по ГОСТ 12.4.021. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 17 °С до 27 °С;
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °С . не более 70 %;
- атмосферное давление . . . . . 97,1—101,1 кПа (730—760 мм рт.ст.).

* Действует ГОСТ 19792—2017.

6 Отбор проб

6.1 Отбор пробы меда натурального — по ГОСТ Р 54644.
6.2 Отбор пробы пыльцы цветочной (обножки) — по ГОСТ 28887.
6.3 Отбор проб перги — по ГОСТ 31776.
6.4 Отбор пробы прополиса — по ГОСТ 28886.
6.5 Отбор пробы молочка маточного пчелиного — по ГОСТ 28888.
6.6 Отбор пробы воска — по ГОСТ 21179.

7 Сущность метода

Метод заключается в измерении степени поглощения свободными атомами исследуемых продуктов пчеловодства излучения в ультрафиолетовом диапазоне.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со спектральным диапазоном, включающим длину волны 193,7 нм, укомплектованный электротермическим атомизатором и сертифицированным программным обеспечением. В комплект прибора должен входить источник резонансного излучения мышьяка (лампа с полым катодом, безэлектродные разрядные лампы или другой равноценный источник).

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.

Государственные стандартные образцы (ГСО) мышьяка с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 или 0,1 мг/см^3 и относительной погрешностью аттестованного значения ±1 %.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 600 °С при отклонениях от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 °С до 150 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 5 °С.

Компрессор воздушный производительностью не менее 150 л/мин или сжатый воздух в баллонах по ГОСТ 17433.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая по ГОСТ 21204.

Баня водяная с рабочим диапазоном температур от 5 °С до 100 °С.

Мешалка магнитная с диапазоном частоты вращения якоря 200—2000 об/мин.

Щипцы тигельные металлические с защитным покрытием и нарезками на рабочей части створок.

Чаши или тигли кварцевые вместимостью 50, 100, 250 см^3 по ГОСТ 19908 или чашки (тигли) фарфоровые № 2-4 по ГОСТ 9147.

Колбы Къельдаля 2-50-29, 2-100-29, 2-250-29 ТСХ по ГОСТ 25336 или колбы плоскодонные П-2-250-34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2-1000-29 ТСХ или Кн-2-1000-34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1-250-29/32 ТСХ или П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-1-2-1 или 1-1-2-1, 2-1-2-2 или 1-1-2-2, 1-1-2-5 и 1-2-2-10 по ГОСТ 29169.

Стаканы Н-1-100 или Н-1-150 по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Шарики стеклянные, используемые для обеспечения равномерности кипения по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.

Асбест по ГОСТ 12871.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода 2 степени чистоты (бидистиллированная) по ГОСТ Р 52501.

Ацетилен растворенный по ГОСТ 5457.

Аргон газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота серная по ГОСТ 14262, о. с. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, о. с. ч.
Кислота соляная по ГОСТ 14261, о. с. ч.
Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.
Фильтры обеззоленные диаметром 7 или 9 см.
Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 10929.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Подготовка посуды

Новую или сильнозагрязненную лабораторную посуду (колбы, пипетки, чашки или тигли) после обычной мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной питьевой водой и ополаскивают дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду дополнительно обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1:1 по объему), затем ополаскивают дистиллированной водой, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты (1:1 по объему), затем ополаскивают 3-4 раза дистиллированной водой, затем 1-2 раза бидистиллированной водой и сушат. Обработку горячим раствором кислоты проводят следующим образом: посуду помещают в термостойкий химический стакан, заливают раствором кислоты, нагревают до кипения и отключают подогрев. Выдерживают до полного охлаждения и промывают, как указано выше. Вместо обработки посуды одним из растворов кислот допускается выдерживать чаши или тигли в растворе уксусной кислоты на кипящей водяной бане в течение 1 ч. После мытья посуду необходимо высушить в сушильном шкафу.

9.2 Приготовление градуировочных растворов

Растворы мышьяка, используемые для построения градуировочной зависимости (градуировочные растворы), готовят последовательным разбавлением государственных стандартных образцов (ГСО). Допускается применение растворов с установленной массовой концентрацией элементов на азотнокислой или солянокислой основе, с массовой долей кислоты не менее 1 %. Для проведения калибровки готовят не менее трех градуировочных растворов. Предпочтительно использовать градуировочные растворы массовой концентрации 25,0; 50,0 и 75,0 мкг/см^3.

Срок хранения градуировочных растворов вышеуказанных концентраций при температуре 25 °С — не более одного месяца.

9.3 Отбор проб продуктов пчеловодства

Из объединенной пробы для проведения испытания отбирают две пробы для проведения анализа в условиях повторяемости. Массу анализируемых проб продуктов пчеловодства выбирают по таблице 1.

Таблица 1 — Рекомендуемая масса анализируемых проб продуктов пчеловодства при определении мышьяка

Продукты пчеловодства	Масса анализируемых проб продуктов пчеловодства, г
Мед	2,0
Пыльцевая обножка	2,0
Перга	2,0
Маточное молочко	2,0
Прополис	2,0
Воск	35,0

9.4 Подготовка испытуемых растворов продуктов пчеловодства

Для подготовки продуктов пчеловодства к измерению используют методы прямого растворения, сухой или мокрой минерализации, кислотной экстракции. Для определения массовой доли мышьяка в продуктах пчеловодства используют электротермический атомизатор.

Для обнаружения массовой доли мышьяка минерализацию продуктов пчеловодства, за исключением меда и воска, осуществляют озолением. Озоление проводят сухим или мокрым способом. При

мокром озолении увеличивается значение холостой пробы. Для меда применяют прямое растворение, для воска — кислотную экстракцию.

Методы подготовки анализируемых проб приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Оптимальные методы подготовки анализируемых проб продуктов пчеловодства при определении мышьяка

Продукты пчеловодства	Методы пробоподготовки
Мед	Прямое растворение
Пыльцевая обножка	Мокрое озоление
Перга	
Маточное молочко	
Прополис	Сухое озоление
Воск	Кислотная экстракция

9.4.1 Приготовление 0,1 % раствора HNO_3

В мерную колбу на 1 $дм^3$ вносят 1,2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 11125 и доводят до метки бидистиллированной водой. Срок хранения раствора не ограничен.

9.4.2 Сухое озоление и кислотная экстракция

Сухое озоление прополиса и других продуктов пчеловодства осуществляют по ГОСТ Р 52097—2003 (пункт 5), кислотную экстракцию воска осуществляют по ГОСТ Р 52097—2003 (пункт 6).

Сухую золу растворяют 0,1 % HNO_3, фильтруют и количественно переносят в мерную колбу на 50 $см^3$. В случае плохого растворения золы анализируемого продукта в 0,1 % HNO_3 ее растворяют в тигле 1—3 $см^3$ концентрированной HNO_3, при нагревании. Раствор выпаривают до влажных солей. Осадок растворяют в 0,1 % HNO_3, фильтруют и количественно переносят в мерную колбу на 50 $см^3$.

9.4.3 Мокрое озоление

Анализируемые пробы продукта пчеловодства помещают в плоскодонную колбу и заливают концентрированной HNO_3 в соотношении: на 1 г продукта — 15 $см^3$ кислоты. Анализируемые пробы выдерживают не менее 15 мин. Далее упаривают на плитке до общего объема 5 $см^3$. Снимают с плитки и охлаждают до комнатной температуры. Добавляют 10 $см^3$ концентрированной HNO_3 и снова упаривают до 5 $см^3$. В охлажденные до комнатной температуры колбы вносят 2 $см^3$ концентрированной HNO_3 и 1 $см^3$ H_2O_2 и нагревают раствор на плитке в течение 10—15 мин. Снимают с плитки и охлаждают до комнатной температуры. Затем в колбы приливают 1 $см^3$ концентрированной HNO_3 и 0,4 $см^3$ H_2O_2, снова нагревают в течение 5 мин и охлаждают до комнатной температуры. Полученный раствор упаривают до влажных солей и растворяют 0,1 % HNO_3, фильтруют и количественно переносят в мерные колбы на 50 $см^3$.

9.4.4 Прямое растворение

Анализируемые пробы меда помещают в плоскодонные колбы или стакан и растворяют в 30 $см^3$ 0,1 % HNO_3 при перемешивании в течение не менее 30 мин на магнитной мешалке. Полученный раствор фильтруют в мерные колбы на 50 $см^3$ и доводят до метки 0,1 % HNO_3.

9.5 Приготовление холостой пробы

Для контроля чистоты используемых реактивов готовят холостую пробу в соответствии с 9.4 без добавления продуктов пчеловодства.

10 Проведение измерений

Подготовку прибора к работе осуществляют по прилагаемым к прибору техническим инструкциям.

Для обнаружения мышьяка в продуктах пчеловодства выбирают наиболее чувствительную линию поглощения — 193,7 нм с шириной щели 0,5.

10.1 Параметры проведения измерений

Построение градуировочной зависимости и проведение измерений массовой доли мышьяка в продуктах пчеловодства проводят в одинаковых условиях.

10.2 Измерение растворов

Первоначально вручную или с помощью автосэмплера в атомизатор вводят раствор 0,1 % HNO_3 (фоновый раствор), затем в порядке возрастания градуировочные растворы. С помощью программного обеспечения прибора выстраивают градуировочный график. Затем проводят измерение холостой пробы и испытуемых продуктов пчеловодства. В случае обнаружения в холостой пробе присутствия мышьяка установленную в холостой пробе концентрацию мышьяка вычитают из всех градуировочных и испытуемых растворов.

При общем объеме исследуемого раствора продукта пчеловодства, составляющем 20 мм^3, наиболее оптимальной является следующая температурная программа, приведенная в таблице 3.

Таблица 3 — Оптимальная температурная программа графитового атомизатора для анализа продуктов пчеловодства при определении мышьяка

Температура, С	Время, с	Поток газов, л/мин
85	5,0	3,0
95	40,0	3,0
120	10,0	3,0
1400	5,0	3,0
1400	1,0	3,0
1400	2,0	0,0
2600	0,6	0,0
2600	2,0	0,0
2600	2,0	3,0

10.3 Разбавление растворов

Если массовая доля мышьяка в испытуемом растворе при измерениях оказывается выше максимальной массовой концентрации градуировочного раствора, то проводится разбавление испытуемого раствора фоновым раствором 0,1 % HNO_3.

Коэффициент разбавления выбирают таким образом, чтобы массовая доля определяемого элемента в испытуемом растворе находилось в середине диапазона массовых концентраций градуировочных растворов.

Коэффициент разбавления вычисляют по формуле

$$K = \frac{Y_2}{Y_1}, \quad (1)$$

где Y_1 — объем раствора 0,1 % HNO_3, взятый для разбавления, см^3,

Y_2 — объем разбавленного раствора, см^3.

11 Обработка и представление результатов измерений

11.1 Обработка результатов измерений

Массовую долю элемента в пробе C_e, млн$^{-1}$ (мкг/г), вычисляют по формуле

$$C_e = \frac{CxVK}{n}, \quad (2)$$

где Cx — массовая концентрация мышьяка в анализируемой пробе, определенная по градуировочному графику, мкг/см^3;

V — исходный объем анализируемого раствора, $см^3$;
K — коэффициент разбавления;
n — масса анализируемой пробы, г.
Окончательный результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

11.2 Повторяемость результатов

За окончательный результат измерений массовой доли мышьяка в продуктах пчеловодства принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости, рассчитанное по формуле

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн}\, 0{,}01\, X_{ср}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, $млн^{-1}$ (мкг/г);
$r_{отн}$ — значение предела повторяемости (см. таблицу 4), %.

11.3 Воспроизводимость результатов

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, должно соответствовать условию приемлемости по формуле

$$|X_1 - X_2| \le R_{отн}\, 0{,}01\, X_{ср}, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений, полученные в условиях воспроизводимости, $млн^{-1}$ (мкг/г);
$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 4), %.

Таблица 4 — Диапазоны измерений, показателей точности и прецизионности атомно-абсорбционного метода определения массовой доли мышьяка в продуктах пчеловодства при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Диапазон измерений массовой доли мышьяка, $млн^{-1}$ (мкг/г)	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %
0,001 до 0,300 включ.	6	12	8

11.4 Представление результатов измерений

Результат измерений массовой доли определяемых элементов в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta),\ млн^{-1}\ (мкг/г)\ \text{при}\ P = 0{,}95, \quad (5)$$

где Δ — абсолютная погрешность результатов измерений, $млн^{-1}$(мкг/г), вычисляют по формуле

$$\Delta = \delta \cdot X_{ср} \cdot 0{,}01, \quad (6)$$

где δ — относительная погрешность измерений по таблице 3, %.

11.5 Результаты испытаний оформляют протоколом в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025.

УДК 638.16:006.354 ОКС 65.140

Ключевые слова: продукты пчеловодства, атомно-абсорбционный метод, электротермический атомизатор

Редактор переиздания *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 25.02.2020. Подписано в печать 14.05.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru