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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 34633— 2020**

# ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ

## Определение массовой доли хрома, железа, никеля, меди, цинка методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

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

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 30 января 2020 г. № 126-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 | ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 марта 2024 г. № 289-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34633—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2024 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ.МН 5729—2016 «Определение хрома, железа, никеля, меди, цинка в пищевых продуктах и сырье методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Методика выполнения измерений», аттестованной БелГИМ. Свидетельство об аттестации № 997/2016 от 23.12.2016

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 Термины и определения . . . . . 2
4 Сущность метода . . . . . 2
5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов . . . . . 2
6 Условия проведения измерений . . . . . 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы . . . . . 3
8 Подготовка к проведению измерений . . . . . 4
9 Порядок проведения измерений . . . . . 10
10 Обработка результатов измерений . . . . . 10
11 Оформление результатов измерений . . . . . 13
12 Метрологические характеристики . . . . . 14
13 Контроль точности измерений . . . . . 15
Библиография . . . . . 18

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

**ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ**

# Определение массовой доли хрома, железа, никеля, меди, цинка методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Foodstuffs.
Determination of mass fraction of chrome, iron, nickel, copper, zinc by inductively coupled plasma mass spectrometry

**Дата введения — 2024—11—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую продукцию и сырье, используемое для ее изготовления, устанавливает метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой для определения массовой доли хрома, железа, никеля, меди, цинка (далее — определяемые элементы).

Диапазоны измерений элементов, определяемых по настоящему стандарту, составляют:

- хром, никель — от 0,10 млн$^{-1}$ (мг/кг) до 5,00 млн$^{-1}$ (мг/кг);
- железо, цинк — от 0,20 млн$^{-1}$ (мг/кг) до 150,00 млн$^{-1}$ (мг/кг);
- медь — от 0,02 млн$^{-1}$ (мг/кг) до 25,00 млн$^{-1}$ (мг/кг).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

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

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 31671 (EN 13805:2002) Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

ГОСТ ИСО 5725-6* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

**Издание официальное**

государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **верхняя граница диапазона градуировки:** Значение массовой концентрации определяемого элемента, выше которой программным обеспечением спектрометра не производится обработка измеренного значения аналитического сигнала с использованием градуировочного графика, либо массовая концентрация определяемого элемента, составляющая 120 % от максимальной концентрации градуировочных растворов, в зависимости от того, что меньше.

3.2 **нижняя граница диапазона градуировки:** Минимальное значение массовой концентрации определяемого элемента в градуировочных растворах.

3.3 **диапазон градуировки:** Интервал значений массовых концентраций определяемого элемента в растворе, ограниченный такими нижней и верхней границами, как они определены в 3.1—3.2.

3.4 **пищевая продукция:** Продукты животного, растительного, микробиологического, минерального, искусственного или биотехнологического происхождения в натуральном, обработанном или переработанном виде, которые предназначены для употребления человеком в пищу, в том числе специализированная пищевая продукция, питьевая вода, расфасованная в емкости, питьевая минеральная вода, алкогольная продукция (в том числе пиво и напитки на основе пива), безалкогольные напитки, биологически активные добавки к пище (БАД), жевательная резинка, закваски и стартовые культуры микроорганизмов, дрожжи, пищевые добавки и ароматизаторы, а также продовольственное (пищевое) сырье [1].

## 4 Сущность метода

Для измерения массовой доли определяемых элементов используется метод пробоподготовки, основанный на микроволновой минерализации проб под повышенным давлением в среде азотной кислоты. Массовые концентрации определяемых элементов в растворах подготовленных проб измеряются методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой по градуировочной зависимости, построенной с использованием не менее четырех градуировочных растворов. Массовая доля определяемых элементов в пробах рассчитывается на основании измеренных значений их массовых концентраций, масс навесок и объемов приготовленных растворов проб.

## 5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

### 5.1 Требования безопасности

При выполнении работ в соответствии с настоящим стандартом персонал должен знать и строго соблюдать на рабочем месте требования:

- электробезопасности — по ГОСТ 12.2.003;
- пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории;
- техники безопасности, изложенные в эксплуатационных документах средств измерений и оборудования, применяемых при проведении измерений, в том числе с сосудами, работающими под давлением.

### 5.2 Требования к квалификации операторов

К проведению работ в соответствии с настоящим стандартом допускаются лица, имеющие высшее специальное образование по профилю выполняемых работ, прошедшие обучение приемам работы на оборудовании, освоившие выполнение всех операций, предусмотренных настоящим стандартом.

## 6 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 %;
- температура при приготовлении растворов — (20 ± 2) °С.

Помещения для проведения измерений должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией и подводкой воды.

Необходимо исключить условия для возникновения контаминации определяемыми элементами, обусловленной влиянием окружающей среды.

## 7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой, укомплектованный автосамплером и имеющий программное обеспечение с функциями коррекции сигнала с учетом изобарных спектральных интерференций и с применением метода внутреннего стандарта, обеспечивающий:

- режим измерения с использованием коллизионной (столкновительной) ячейки для снижения/устранения спектральных интерференций;
- возможность проведения полуколичественного анализа в режиме быстрого сканирования;
- ширину пика в масс-спектре не более 0,85 а. е. м на 10 % высоты пика в диапазоне отношения массы иона к заряду (m/Z) 6-253 а. е. м;
- величину оксидного отношения ($CeO^+/Ce^+$) не более 2 %, величину отношения двухзарядных ионов ($Ce^{2+}/Ce^+$ или $Ba^{2+}/Ba^+$) не более 3 % в режиме без подачи газа в коллизионную (столкновительную) ячейку.

Весы электронные лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, с наибольшим пределом взвешивания 500 г, ценой деления 0,001 г, пределом допускаемой погрешности ±0,005 г.

Микроволновая система пробоподготовки, имеющая систему контроля температуры и укомплектованная сосудами для разложения, обеспечивающими проведение минерализации при температурах не менее 200 °С.

Система очистки воды, обеспечивающая получение деионизированной воды с удельным сопротивлением не менее 18 МОм · см.

Термометры с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Диспенсеры для анализа следовых количеств с переменным объемом дозирования, максимально дозируемый объем не менее 10 $см^3$ с относительным отклонением фактического объема дозы от номинального ±0,5 %.

Дозаторы пипеточные с комплектом одноразовых наконечников с диапазоном объемов дозирования от 100 до 1000 $мм^3$, от 1 до 5 $см^3$, от 1 до 10 $см^3$ и относительным отклонением фактического объема дозы от номинального ±2,0 %.

Емкости, предназначенные для хранения растворов вместимостью от 100 до 1000 $см^3$, изготовленные из полимерных материалов (полиэтилена, полипропилена, фторопластов).

Колбы Кн-1-500-29/32 ТС, Кн-2-500-40 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью от 250 до 500 $см^3$ из полимерных материалов.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 $см^3$ с погрешностью вместимости ±0,2; ±1 $см^3$ соответственно.

Пластиковые виалы для автосамплера — согласно требованиям эксплуатационных документов масс-спектрометра.

Пробирки полипропиленовые с завинчивающимися крышками вместимостью 50 $см^3$.

Стаканы вместимостью от 100 до 250 $см^3$ из полимерных материалов или стаканы Н-1-100 или Н-1-150 по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные вместимостью 25, 50, 100 $см^3$ из фторопласта с погрешностью измеряемого объема ±0,5; ±1; ±1 $см^3$ соответственно или цилиндры 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157, высший сорт.

Гелий газообразный высокой чистоты, соответствующий требованиям эксплуатационных документов масс-спектрометра.

Вода деионизированная удельным сопротивлением не менее 18 МОм · см.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота азотная концентрированная для анализа следовых количеств, плотностью не менее 1,35 г/см$^3$, с массовой концентрацией определяемых элементов не более 0,5 мкг/дм$^3$ или другой квалификации перегнанная (далее — азотная кислота для ИСП-МС).

Кислота соляная концентрированная для анализа следовых количеств, плотностью не менее 1,17 г/см$^3$, с массовой концентрацией определяемых элементов не более 0,5 мкг/дм$^3$ (далее — соляная кислота для ИСП-МС).

Раствор для настройки, соответствующий требованиям, установленным в эксплуатационных документах масс-спектрометра.

Одно- или мультиэлементные стандартные образцы для ИСП-МС-состава раствора ионов определяемых элементов массовой концентрацией от 10 до 1000 мг/дм$^3$ и относительной расширенной неопределенностью массовой концентрации не более 3 %.

Одно- или мультиэлементные внутренние стандарты для ИСП-МС, содержащие ионы скандия, германия с концентрацией от 10 до 1000 мг/дм$^3$ и относительной расширенной неопределенностью массовой концентрации не более 5 %.

Рекомендуется использовать посуду из фторопласта (для любых жидкостей), а также из полиэтилена или полипропилена (кроме концентрированных кислот).

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, испытательного и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не хуже указанных.

## 8 Подготовка к проведению измерений

### 8.1 Отбор проб

Отбор и подготовку пробы к минерализации проводят в соответствии с ГОСТ EN 13804—2013 и другим нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего данный стандарт.

### 8.2 Подготовка лабораторной посуды

Новую лабораторную посуду многоразового использования после обычной мойки в растворе моющего средства промывают водопроводной водой, и ополаскивают деионизированной водой.

Стеклянную посуду перед первым использованием подвергают предварительной обработке следующим образом: промывают раствором азотной кислоты с объемным соотношением кислота:вода, равным 1:1 по 8.3.2, затем промывают деионизированной водой два раза.

Стеклянную посуду после предварительной обработки, а также уже используемую посуду любых типов, которая предварительно ополоснута деионизированной водой для удаления остатков находящихся в ней растворов, ополаскивают два раза раствором азотной и соляной кислот по 8.3.7, после чего ополаскивают деионизированной водой три раза и сушат на воздухе.

Одноразовая лабораторная посуда не требует предварительной подготовки.

### 8.3 Приготовление растворов

#### 8.3.1 Общие требования и рекомендации по приготовлению растворов

При приготовлении растворов кислот с использованием соляной кислоты для ИСП-МС и/или азотной кислоты для ИСП-МС рекомендуется применять посуду из полимерных материалов, предпочтительно фторопласта. Азотную и соляную концентрированные кислоты для ИСП-МС следует наливать при помощи посуды из фторопласта, остальные концентрированные кислоты — при помощи стеклянной посуды. Для дозирования концентрированных кислот для ИСП-МС рекомендуется использовать диспенсеры для анализа следовых количеств. Перед отбором аликвот растворов определяемых элементов и/или элементов внутреннего стандарта рекомендуется их перемешать. При использовании кислот с плотностями, отличными от указанных, их объем следует пересчитывать. Значение концентрации определяемых элементов в градуировочных растворах, приготавливаемых согласно 8.3.11, рассчитывается с использованием фактически дозируемых объемов аликвот, устанавливаемых с учетом дискретности дозирования.

Приготовление растворов необходимо проводить в условиях, исключающих контаминацию определяемыми элементами и элементами внутреннего стандарта. При приготовлении и хранении растворов следует избегать воздействия на них прямых солнечных лучей.

**8.3.2 Раствор азотной кислоты с объемным соотношением кислота:вода, равным 1:1**

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ мерным цилиндром вносят 100 $см^3$ деионизированной воды, 100 $см^3$ концентрированной азотной кислоты квалификации х. ч. и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной посуде при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.3 Раствор азотной кислоты с массовой долей 5 %**

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные цилиндром или диспенсером 28 $см^3$ азотной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,395 $г/см^3$, перемешивают содержимое колбы и охлаждают до температуры окружающей среды. Доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.4 Раствор азотной (массовая доля 5 %) и соляной (массовая доля 1 %) кислот**

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные цилиндром 25 $см^3$ концентрированной азотной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,42 $г/см^3$ и 12 $см^3$ концентрированной соляной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,18 $г/см^3$. Перемешивают содержимое колбы и охлаждают до температуры окружающей среды, после чего доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов, предпочтительно из фторопласта, при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.5 Раствор азотной кислоты с массовой долей 10 %**

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные цилиндром или диспенсером 57 $см^3$ азотной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,395 $г/см^3$, перемешивают содержимое колбы и охлаждают до температуры окружающей среды. Доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.6 Раствор соляной кислоты с массовой долей 2 %**

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные мерным цилиндром или диспенсером 25 $см^3$ соляной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,174 $г/см^3$, перемешивают содержимое колбы и охлаждают до температуры окружающей среды. Доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.7 Раствор азотной и соляной кислот для обработки посуды**

В коническую колбу из полимерных материалов вместимостью от 250 до 500 $см^3$ мерным цилиндром вносят 100 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 2 % по 8.3.6 и 100 $см^3$ раствора азотной кислоты с массовой долей 10 % по 8.3.5. Содержимое колбы перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 1 мес.

**8.3.8 Раствор азотной и соляной кислот с массовой долей 2 % и 0,5 % соответственно**

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные мерным цилиндром или диспенсером 11 $см^3$ азотной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,395 $г/см^3$ и 6 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,174 $г/см^3$, перемешивают содержимое колбы и охлаждают до температуры окружающей среды. Доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.9 Раствор внутреннего стандарта**

Отбирают дозатором 1,00 $см^3$ внутреннего стандарта с концентрацией скандия, германия 100 $мг/дм^3$ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, после чего доводят до метки раствором азотной и соляной кислот с массовой долей по 8.3.4 и перемешивают. Концентрация скандия, германия в полученном растворе составляет 1000 $мкг/дм^3$.

При использовании внутреннего стандарта с другой концентрацией скандия, германия объем используемой аликвоты пересчитывают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов, предпочтительно из фторопласта, при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.10 Раствор внутреннего стандарта для проб**

Отбирают дозатором 500 $мм^3$ внутреннего стандарта с концентрацией скандия, германия 100 $мг/дм^3$ и переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют отмеренные цилиндром или диспенсером 60 $см^3$ концентрированной соляной кислоты для ИСП-МС плотностью 1,18 $г/см^3$,

доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают. Концентрация скандия, германия в полученном растворе составляет 100 мкг/дм$^3$.

При использовании внутреннего стандарта с другой концентрацией скандия, германия, соляной кислоты другой плотности объемы используемых аликвот пересчитывают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

**8.3.11 Градуировочные растворы**

8.3.11.1 Нулевой градуировочный раствор (бланк)

Отбирают дозатором 5,00 см$^3$ раствора внутреннего стандарта по 8.3.9 и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, после чего доводят до метки раствором азотной и соляной кислот по 8.3.8 и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерных материалов при температуре (20 ± 5) °С не более 2 мес.

8.3.11.2 Промежуточный градуировочный раствор

Отбирают дозатором аликвоту раствора мультиэлементного стандартного образца (или аликвоты растворов одноэлементных стандартных образцов определяемых элементов), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, затем в колбу переносят аликвоту раствора внутреннего стандарта объемом 1,00 см$^3$ по 8.3.9 и доводят до метки раствором азотной и соляной кислот по 8.3.4 и перемешивают.

Объем аликвоты стандартного образца $V_a$, см, рассчитывают по формуле

$$V_a = \frac{50}{C_{st}}, \quad (1)$$

где $C_{st}$ — концентрация определяемого элемента в растворе соответствующего стандартного образца, мг/дм$^3$.

Концентрация каждого из определяемых элементов в промежуточном градуировочном растворе составляет 500 мкг/дм$^3$. Приготовленный раствор хранят в посуде из полимерных материалов, предпочтительно из фторопласта, при температуре (20 ± 5) °С не более 3 мес.

8.3.11.3 Градуировочные растворы определяемых элементов

В мерные колбы из полимерных материалов, предпочтительно из фторопласта, вместимостью 100 см$^3$ дозатором вносят 0,200; 1,00; 2,00; 10,0 см$^3$ соответственно промежуточного градуировочного раствора по 8.3.11.2, доводят до метки бланком по 8.3.11.1 и перемешивают. Концентрация определяемых элементов в градуировочных растворах составляет 1,00; 5,00; 10,0; 50,0 мкг/дм$^3$.

Приготовленные растворы хранят в посуде из полимерных материалов, предпочтительно из фторопласта, при температуре (20 ± 5) °С не более 2 мес.

**8.4 Минерализация пробы**

Для минерализации используют пробу по 8.1. Получение минерализатов проводят согласно ГОСТ 31671 при соблюдении указанных ниже условий.

Объем азотной кислоты, добавляемый к пробе при проведении минерализации, составляет 6 см$^3$. Масса навески при проведении минерализации составляет:

- для продукции жидкой консистенции с содержанием жира и сухих веществ не более 5 % — от 1 до 5 г;
- для продукции с содержанием влаги менее 10 % (высушенные плодово-овощные и молочные продукты, специи, пряности, чай, кофе и т. п.) — от 0,25 до 0,4 г;
- для продукции с высоким содержанием жира (от 50 % до 100 %) — от 0,25 до 0,4 г;
- для продукции с содержанием влаги от 20 % до 80 % и содержанием жира не более 30 % — от 0,5 до 2 г;
- для продукции жидкой консистенции, содержащей этиловый спирт, навеска должна быть такой массы, чтобы в ней содержалось не более 0,8 г этилового спирта, но не выше 2,5 г.

Результат измерения массы навески фиксируется до третьего десятичного знака.

Если согласно эксплуатационным документам к микроволновой системе подготовки проб используются отличающиеся более чем на 30 % от указанных выше массы навесок проб и объем азотной кислоты, то объем приготавливаемого по 8.4.1 раствора пробы (контрольного раствора) и объем аликвоты внутреннего стандарта должны быть в такой же степени изменены.

К навескам продукции, содержащим этиловый спирт, перед добавлением азотной кислоты приливают деионизированную воду в таком количестве, чтобы объемная доля этилового спирта не превышала 12 %.

К навескам продукции с содержанием влаги менее 20 % перед добавлением азотной кислоты приливают 1 см деионизированной воды и перемешивают содержимое сосуда для разложения, добиваясь равномерного распределения сухого вещества по всему объему смеси.

После добавления кислоты и перемешивания реакционную смесь выдерживают до прекращения интенсивного протекания реакции с выделением оксидов азота, но не менее 1 ч. Продукты с высоким содержанием жира после добавления азотной кислоты перед проведением минерализации следует оставить на ночь.

При проведении подготовки проб для каждого образца отбирают две параллельные навески.

Одновременно с пробами проводят минерализацию контрольной пробы. При этом в сосуд для разложения вносят тот же объем азотной кислоты, как и для проб, а вместо навески пробы вносят такое же количество по массе деионизированной воды. Контрольную пробу проводят через те же стадии минерализации, как и для испытуемых проб.

**8.4.1 Приготовление раствора пробы и контрольного раствора**

После завершения минерализации и охлаждения сосуда для разложения минерализат из него количественно переносят в полипропиленовую пробирку с завинчивающейся крышкой вместимостью 50 $см^3$, ополаскивая сосуд порциями деионизированной воды по 1—2 $см^3$. Затем в пробирку добавляют дозатором 5,00 $см^3$ раствора внутреннего стандарта для проб по 8.3.10. Раствор в пробирке доводят деионизированной водой до 50 $см^3$ по нанесенной шкале и перемешивают.

Рекомендуется использовать приготовленные испытуемые и контрольные растворы для проведения измерений в течение 3 сут, допускается при необходимости хранить их в течение 14 сут при температуре не более 25 °С, предохраняя от воздействия яркого света.

**8.4.2 Разбавление испытуемых и контрольных растворов**

Для проведения разбавления испытуемого раствора и контрольного раствора в качестве растворителя используют бланк по 8.3.11.1. Коэффициент разбавления рассчитывается по формуле (6).

Коэффициент разбавления выбирается таким образом, чтобы концентрация определяемых элементов в разбавленном растворе находилась примерно в середине диапазона градуировки.

### 8.5 Подготовка масс-спектрометра к работе и выбор условий измерения

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют по прилагаемому к масс-спектрометру руководству по эксплуатации. При подготовке к работе и настройке масс-спектрометра необходимо выполнение следующих действий, способствующих уменьшению дрейфа, увеличению чувствительности и отношения «сигнал — шум»:

- вакуумирование согласно рекомендациям эксплуатационных документов масс-спектрометра;
- прогрев масс-спектрометра, промывка системы ввода в режиме анализа перед проведением настройки согласно рекомендациям эксплуатационных документов масс-спектрометра;
- проведение настройки, в том числе осевого положения горелки, детектора, параметров плазмы, линз, масс-анализатора с последующим получением отчета о характеристиках.

При проведении измерений используют следующие общие параметры получения данных:

- режим получения данных — спектр;
- регистрация пиков — по трем точкам;
- число просмотров на повторность — 100;
- число повторных измерений — 3;
- быстрое сканирование* проводится в режиме с подачей газа в ячейку.

Основные и подтверждающие изотопы определяемых элементов и изотопы элементов внутреннего стандарта, для которых должны быть получены данные масс-спектрометрического анализа, и используемые для них режимы настройки приведены в таблице 1.

---

* Используется для получения данных полуколичественного анализа.

Таблица 1 — Основные и подтверждающие изотопы определяемых элементов, изотопы элементов внутреннего стандарта и источники спектральных интерференций для них

| Элемент | Основной изотоп / Подтверждающий изотоп | Режим настройки | Внутренний стандарт | Изобарные интерференты, двузарядные ионы | Основные полиатомные интерференты |
|---|---|---|---|---|---|
| Определяемые элементы | | | | | |
| Хром | $^{52}Cr$ | С подачей газа в ячейку | $^{45}Sc$ | $^{104}Ru^{2+}$, $^{104}Pd^{2+}$ | $^{40}Ar^{12}C^+$, $^{35}Cl^{16}O^1H^+$ |
| | $^{53}Cr$ | | $^{45}Sc$ | $^{10}Pd^{2+}$, $^{106}Cd^{2+}$ | $^{40}Ar^{13}C^+$, $^{37}Cl^{16}O^+$ |
| Железо | $^{56}Fe$ | С подачей газа в ячейку | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{112}Cd^{2+}$, $^{112}Sn^{2+}$ | $^{40}Ar^{16}O^+$, $^{40}Ca^{16}O^+$ |
| | $^{57}Fe$ | | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{114}Cd^{2+}$, $^{114}Sn^{2+}$ | $^{40}Ar^{16}O^1H^+$, $^{40}Ca^{16}O^1H^+$ |
| Никель | $^{60}Ni$ | С подачей газа в ячейку | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{120}Sn^{2+}$ | $^{44}Ca^{16}O^+$, $^{43}Ca^{16}O^1H^+$ |
| | $^{58}Ni$ | | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{116}Cd^{2+}$, $^{116}Sn^{2+}$, $^{58}Fe^+$ | $^{40}Ar^{18}O^+$, $^{42}Ca^{16}O^+$, $^{44}Ca^{14}N^+$ |
| Медь | $^{63}Cu$ | С подачей газа в ячейку*; без подачи газа в ячейку | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{126}Te^{2+}$ | $^{31}P^{16}O^{16}O^+$, $^{23}Na^{40}Ar^+$ |
| | $^{65}Cu$ | | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{130}Te^{2+}$, $^{130}Ba^{2+}$ | $^{31}P^{16}O^{18}O^+$, $^{25}Mg^{40}Ar^+$, $^{33}S^{16}O^{16}O^+$, $^{32}S^{16}O^{16}O^1H^+$ |
| Определяемые элементы | | | | | |
| Цинк | $^{66}Zn$ | С подачей газа в ячейку | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{132}Xe^{2+}$ | 31P35Cl$^+$, 34S16O16O$^+$, 33S16O16O1H$^+$, 26Mg40Ar$^+$, 50Ti16O$^+$ |
| | $^{68}Zn$ | | $^{74}Ge$, $^{72}Ge$ | $^{136}Xe^{2+}$, $^{136}Ba^{2+}$, $^{136}Ce^{2+}$ | $^{28}Si^{40}Ar^+$, $^{34}S^{34}S^+$, $^{31}P^{37}Cl^+$, $^{40}Ar^{14}N^{14}N^+$ |
| Элементы внутреннего стандарта | | | | | |
| Скандий | $^{45}Sc$ | ** | — | — | $^{29}Si^{16}O^+$, $^{13}C^{16}O^{16}O^+$, $^{12}C^{16}O^{16}O^1H^+$ |
| Германий | $^{72}Ge$ | ** | — | $^{174}Nd^{2+}$, $^{174}Sm^{2+}$ | $^{37}Cl^{35}Cl^+$, $^{40}Ar^{32}S^+$, $^{40}Ca^{16}O^{16}O^+$ |
| | $^{74}Ge$*** | ** | — | $^{74}Se^+$, $^{128}Te^{2+}$, $^{128}Xe^{2+}$ | $^{37}Cl^{37}Cl^+$, $^{40}Ar^{34}S^+$, $^{58}Ni^{16}O^+$ |

* Предпочтительный режим настройки.

** Используются режимы настройки такие же, как и для соответствующих определяемых элементов.

*** $^{74}Ge$ используется в качестве изотопа элемента внутреннего стандарта во всех случаях, за исключением наличия значимых интерференций, обусловленных присутствием селена (см. 10.5).

Время интегрирования должно обеспечивать положительный результат выполнения контроля инструментальной прецизионности в соответствии с 13.1.1. Рекомендуемые значения времени интегрирования приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Рекомендуемые значения времени интегрирования определяемых элементов и элементов внутреннего стандарта

| Элемент | Изотоп | Время интегрирования для режима настройки, с | |
|---|---|---|---|
| | | без подачи газа в ячейку | с подачей газа в ячейку |
| Определяемые элементы | | | |
| Хром | $^{52}Cr$ | — | 0,2—0,3 |
| | $^{53}Cr$ | — | 0,5—0,7 |
| Железо | $^{56}Fe$ | — | 0,5—0,7 |
| | $^{57}Fe$ | — | 0,7—1 |
| Никель | $^{60}Ni$ | — | 0,2—0,3 |
| | $^{58}Ni$ | — | 0,2—0,3 |
| Медь | $^{63}Cu$ | 0,2—0,3 | 0,2—0,3 |
| | $^{65}Cu$ | 0,2—0,3 | 0,2—0,3 |
| Цинк | $^{66}Zn$ | — | 0,2—0,3 |
| | $^{68}Zn$ | — | 0,2—0,3 |
| Элементы внутреннего стандарта | | | |
| Скандий | $^{45}Sc$ | — | 0,7—1 |
| Германий | $^{72}Ge$ | 0,3—0,5 | 0,5—0,7 |
| | $^{74}Ge$ | 0,2—0,3 | 0,3—0,5 |

Программа работы системы ввода проб, кроме собственно стадии измерения, должна включать в себя дополнительные стадии предварительной подачи измеряемого раствора до обеспечения стабильного во времени сигнала и промывки после стадии измерения. Программа предварительной подачи измеряемого раствора должна обеспечивать положительный результат контроля инструментальной прецизионности в соответствии с 13.1.1. Программа промывки и состав промывочных растворов при проведении измерений должны обеспечивать положительный результат контроля бланка в соответствии с 13.1.5, выполняемый сразу после измерения градуировочного раствора с максимальной концентрацией определяемых элементов. Рекомендуется использовать для промывки два промывочных раствора, второй из которых представляет собой раствор азотной и соляной кислот с массовой концентрацией 2 % и 0,5 % соответственно по 8.3.8. Стадиям промывки в промывочных растворах должны предшествовать стадии проточной промывки (при ее наличии) длительностью 10—15 с.

Настройки режима плазмы должны обеспечивать робастные условия для проведения измерений растворов. При измерении растворов проб с высокой минерализацией* необходимо использовать режим разбавления аэрозоля (при его наличии). При отсутствии режима разбавления аэрозоля растворы проб разбавляют до уровня минерализации, допустимого согласно эксплуатационным документам масс-спектрометра.

Параметры настройки ячейки, в том числе расход газа, устанавливают согласно эксплуатационным документам масс-спектрометра. Рекомендуется провести определение оптимального значения расхода гелия по минимуму значения инструментального предела обнаружения железа и использовать его при установке данных параметров.

Остальные параметры режима измерений масс-спектрометра устанавливаются в соответствии с рекомендациями, указанными в эксплуатационных документах масс-спектрометра.

Настройка параметров обработки данных полуколичественного анализа проводится в соответствии с эксплуатационными документами масс-спектрометра. Если для коррекции алгоритма расчета концентраций полуколичественного анализа используют градуировочный раствор, то в нем должны

* Уровень минерализации определяется согласно эксплуатационным документам масс-спектрометра.

присутствовать изотопы элементов с массовыми числами, охватывающими используемый диапазон шкалы масс, для которых отсутствуют взаимные изобарные интерференции с концентрацией не ниже 10 мкг/дм$^3$.

При обработке результатов измерений в качестве градуировочной зависимости используют линейную невзвешенную регрессию, построенную по результатам измерений градуировочных растворов, вида

$$A' = a \cdot C' + b, \quad (2)$$

где $A'$ — отношение аналитического сигнала определяемого элемента к аналитическому сигналу внутреннего стандарта;

$C'$ — отношение концентрации определяемого элемента к концентрации внутреннего стандарта;

$a$, $b$ — коэффициенты линейной регрессии.

Примечание — При получении отрицательного результата контроля бланка в соответствии с 13.1.5 следует использовать взвешенную линейную регрессию с весовыми коэффициентами, обратно пропорциональными дисперсиям сигналов (частота импульсов) соответствующих изотопов.

## 9 Порядок проведения измерений

### 9.1 Проведение градуировки

В ходе градуировки последовательно измеряют градуировочные растворы по 8.3.11.1, 8.3.11.3 в порядке уменьшения их концентрации. При проведении градуировки используют как минимум четыре градуировочных раствора, включая нулевой. При необходимости проведения измерений в более широком диапазоне (отношение максимальной к минимальной концентрации градуировочных растворов более 20) количество градуировочных растворов может быть увеличено до пяти.

### 9.2 Контроль приемлемости градуировки

При построении градуировки выполняют контроль инструментальной прецизионности в соответствии с 13.1.1, контроль коэффициента корреляции в соответствии с 13.1.2. При получении отрицательного результата контроля инструментальной прецизионности для одного из градуировочных растворов необходимо выполнить его повторное измерение. При получении отрицательного результата контроля коэффициента корреляции необходимо выявить и устранить причины его появления, после чего повторить построение градуировки.

### 9.3 Проведение измерений

Измерения растворов проб производятся сериями, включающими в себя не более 20 растворов. Если значение массовой концентрации определяемых элементов в растворах проб превышает верхнюю границу диапазона градуировки, то такие растворы, а также соответствующие им контрольные растворы необходимо разбавить согласно 8.4.2 и провести их измерение повторно.

В ходе измерений серии испытуемых растворов выполняется контроль инструментальной прецизионности в соответствии с 13.1.1, контроль сигнала внутреннего стандарта в соответствии с 13.1.3. В конце каждой серии измерений выполняется контроль наклона градуировки в соответствии с 13.1.4 и контроль бланка в соответствии с 13.1.5.

При получении отрицательного результата контроля инструментальной прецизионности для одного из измеряемых растворов необходимо выполнить его повторное измерение. При получении отрицательного результата контроля сигнала внутреннего стандарта для одного или нескольких измеряемых растворов необходимо выявить и устранить причины его появления, после чего повторить измерение растворов, для которых он получен. При получении отрицательного результата контроля наклона градуировки и/или контроля бланка необходимо выявить и устранить причины появления таких результатов, после чего повторить измерение всех растворов проб текущей серии.

## 10 Обработка результатов измерений

### 10.1 Порядок обработки результатов измерений

Обработку результатов измерений проводят в следующем порядке:

- подтверждение согласно 10.3 значений массовых концентраций, рассчитанных при помощи программного обеспечения масс-спектрометра согласно 10.2;

- контроль спектральных интерференций согласно 10.5;
- расчет коэффициентов разбавления согласно 10.4;
- расчет массовой доли элемента в пробе согласно 10.6;
- расчет окончательного результата измерений согласно 10.7.

### 10.2 Расчет концентрации элемента

Расчет массовой концентрации элемента в растворе пробы проводят при помощи программного обеспечения масс-спектрометра по предварительно построенной градуировочной зависимости вида (2) по формуле

$$C = \frac{A' - b}{a} \cdot C_{ISTD}, \quad (3)$$

где $A'$ — отношение сигнала (частоты импульсов) изотопа определяемого элемента к сигналу изотопа элемента внутреннего стандарта;

$C$ — массовая концентрация определяемого элемента, мкг/дм$^3$;

$C_{ISTD}$ — массовая концентрация внутреннего стандарта, мкг/дм$^3$;

$a$, $b$ — коэффициенты линейной регрессии.

### 10.3 Подтверждение полученных значений массовых концентраций

Если в результате измерений массовых концентраций определяемых элементов по основным изотопам получены значения не менее 1 мкг/дм$^3$, то проводят их подтверждение с использованием значений массовых концентраций этих элементов, полученных по подтверждающим изотопам.

Результат подтверждения значения массовой концентрации хрома является положительным при выполнении условия (4), массовой концентрации остальных определяемых элементов — при выполнении условия (5). При невыполнении данных условий результат подтверждения массовой концентрации является отрицательным.

$$\frac{|C - C_k - C_{vf} + C_{kvf}|}{C - C_k - C_{vf} + C_{kvf}} \cdot 2 \cdot 100\ \% \le 12\ \%, \quad (4)$$

$$\frac{|C - C_{vf}|}{C - C_{vf}} \cdot 2 \cdot 100\ \% \le 7\ \%, \quad (5)$$

где $C$ — массовая концентрация определяемого элемента, полученная для его основного изотопа, мкг/дм$^3$;

$C_{vf}$ — массовая концентрация определяемого элемента, полученная для его подтверждающего изотопа, мкг/дм$^3$;

$C_k$ — массовая концентрация определяемого элемента, полученная для его основного изотопа в контрольном растворе, мкг/дм$^3$;

$C_{kvf}$ — массовая концентрация определяемого элемента, полученная для его подтверждающего изотопа в контрольном растворе, мкг/дм$^3$.

При положительном результате подтверждения массовой концентрации при расчете по формуле (9) используют массовые концентрации испытуемого и контрольного растворов, полученные по основному изотопу.

При отрицательном результате подтверждения массовой концентрации руководствуются следующими положениями.

Если при невыполнении условия (4) разность концентраций испытуемого и контрольного растворов по подтверждающему изотопу $^{53}$Cr меньше данной разности по основному изотопу $^{52}$Cr и для испытуемого раствора в масс-спектре полуколичественного анализа присутствует сигнал $^{12}$C на уровне $10^6$ с$^{-1}$ и более, то для расчета по формуле (9) используют концентрации испытуемого и контрольного раствора, полученные по подтверждающему изотопу $^{53}$Cr при отсутствии для него значимых интерференций согласно 10.5.

При невыполнении условий (4), (5) проводят учет интерференций для соответствующего подтверждающего изотопа согласно 10.5. При отсутствии значимых интерференций для подтверждающего изотопа выполняют повторные измерения данного раствора пробы. Если и при повторном измерении условия (5), (4) не выполняются, то после выявления и устранения причин, приведших к превышению предела, производят повторные измерения.

### 10.4 Расчет коэффициента разбавления

Коэффициент разбавления $K$ раствора пробы рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V_p}{V_a}, \quad (6)$$

где $V_a$ — объем аликвоты, взятой для разбавления, см$^3$;

$V_p$ — объем разбавленного раствора, см$^3$.

Если разбавление не проводилось, то $K = 1$.

### 10.5 Контроль спектральных интерференций

Влияние полиатомных интерференций устраняют применением режима с подачей газа в ячейку. При проведении контроля выявляют и учитывают влияние только значимых изобарных интерференций следующим образом.

Учет изобарных интерференций, создаваемых $^{58}$Fe для $^{58}$Ni, проводят независимо от степени их влияния путем использования в программном обеспечении масс-спектрометра следующего интерференционного уравнения

$$A(^{58}N_i) = A(58) - f \cdot A(56), \quad (7)$$

где $A(^{58}N_i)$ — сигнал (частота импульсов) $^{58}N_i$, с$^{-1}$;

$A(58)$, $A(56)$ — сигналы (частота импульсов), полученные для ионов с массами 58 и 56 соответственно, с$^{-1}$;

$f$ — интерференционный коэффициент, рассчитываемый по формуле

$$f = 0{,}00305 \cdot k, \quad (8)$$

где 0,00305 — отношение распространенностей изотопов $^{58}$Fe к $^{56}$Fe;

$k$ — отношение чувствительностей изотопов $^{58}$Fe к $^{56}$Fe, оценивается согласно [2].

Контроль с целью выявления значимых изобарных интерференций проводят на основании данных полуколичественного анализа согласно рекомендациям, приведенным в таблице 3. Учет влияния значимых изобарных интерференций проводят согласно процедуре, описанной в [2].

При выявлении значимых изобарных интерференций допускается не проводить их учет в следующих случаях:

- для подтверждающих изотопов определяемых элементов $^{53}$Cr, $^{68}$Zn, $^{57}$Fe , когда интерференции обусловлены влиянием $^{106}Cd^{2+}$, $^{136}Ba^{2+}$, $^{114}Cd^{2+}$ и $^{114}Sn^{2+}$ соответственно. В этом случае не выполняют процедуру подтверждения согласно 10.3 с использованием результатов измерений, полученных для этих подтверждающих изотопов, а при расчете по формуле (9) используют массовые концентрации испытуемого и контрольного растворов, полученные по основному изотопу;
- для изотопа $^{74}$Ge внутреннего стандарта, когда интерференции обусловлены влиянием $^{74}Se^{+}$. В этом случае обработку данных количественного анализа проводят с использованием в качестве внутреннего стандарта изотопа $^{72}$Ge.

Таблица 3 — Рекомендации, используемые при проведении контроля интерференций

| Изотоп, подверженный интерференции | Ион, вызывающий интерференции | Примечание |
|---|---|---|
| $^{68}$Zn | $^{136}Ba^{2+}$ | Учет проводят при наличии в стандартных образцах элементов, вызывающих данные интерференции. Возникновение этих интерференций для растворов проб маловероятно и может быть обусловлено в основном их контаминацией Ba, Nd, Sm |
| $^{72}$Ge | $^{144}Nd^{2+}$, $^{144}Sm^{2+}$ | |
| $^{57}$Fe | $^{114}Sn^{2+}$ | Учет проводят при наличии в растворах проб высоких концентраций[1)] олова. Возникновение данных интерференций для градуировочных растворов маловероятно и может быть обусловлено в основном их контаминацией оловом |
| $^{60}$Ni | $^{120}Sn^{2+}$ | |

*Окончание таблицы 3*

| Изотоп, подверженный интерференции | Ион, вызывающий интерференции | Примечание |
|---|---|---|
| $^{53}Cr$ | $^{106}Cd^{2+}$, $^{106}Pd^{2+}$ | Возникновение этих интерференций маловероятно и может быть обусловлено в подавляющем большинстве случаев наличием в градуировочных растворах или растворах проб элементов, вызывающих данные интерференции, в очень высоких концентрациях[2] вследствие контаминации |
| $^{52}Cr$ | $^{104}Pd^{2+}$, $^{104}Ru^{2+}$ | |
| $^{56}Fe$ | $^{112}Sn^{2+}$, $^{112}Cd^{2+}$ | |
| $^{57}Fe$ | $^{114}Cd^{2+}$ | |
| $^{58}Ni$ | $^{116}Cd^{2+}$, $^{116}Sn^{2+}$ | |
| $^{63}Cu$ | $^{126}Te^{2+}$ | |
| $^{65}Cu$ | $^{130}Te^{2+}$, $^{130}Ba^{2+}$ | |
| $^{74}Ge$ | $^{128}Te^{2+}$,$^{74}Se^{+}$ | |

[1] Соответствует значению массовой концентрации, превышающей более чем в 100 раз значение массовой концентрации элемента, подвергающегося соответствующей интерференции.

[2] Соответствует значению массовой концентрации, превышающей более чем в 1 000 раз значение массовой концентрации элемента, подвергающегося соответствующей интерференции.

Если возникновение значимых интерференций обусловлено согласно таблице 3 контаминацией измеряемых растворов, то после выявления и устранения источников этих контаминаций повторно приготавливают и проводят измерения соответствующих растворов.

### 10.6 Расчет массовой доли определяемого элемента в пробе

Массовую долю определяемого элемента в пробе $X$, млн$^{-1}$ (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(C_x - C_k) \cdot V \cdot K}{m \cdot 1000}, \quad (9)$$

где $C_x$ — массовая концентрация определяемого элемента в испытуемом растворе, мкг/дм$^3$;

$C_k$ — массовая концентрация определяемого элемента в контрольном растворе, мкг/дм$^3$;

$V$ — исходный объем раствора минерализата, см$^3$;

$m$ — масса навески пробы, г;

$K$ — коэффициент разбавления;

1000 — коэффициент для пересчета единиц измерений.

Если разность $C_x - C_k$ оказывается меньше, чем величина минимальной концентрации градуировочного раствора $C_{гр1}$, то расчет по формуле (9) не производят, а дают одностороннюю оценку максимально возможной массовой доли элемента в пробе по 11.2.

### 10.7 Расчет окончательного результата измерений

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений при выполнении условия повторяемости по 13.1

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (10)$$

где $X_1$, $X_2$ — результаты массовой доли определяемого элемента для двух параллельных определений в одном образце, млн$^{-1}$ (мг/кг).

Окончательный результат измерений округляют до второго десятичного знака.

## 11 Оформление результатов измерений

### 11.1 Форма представления результата измерения с использованием погрешности

Результат измерений при доверительной вероятности $P$ = 0,95 может быть представлен в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ млн}^{-1} \text{ (мг/кг)},$$

где $\overline{X}$ — результат измерений, млн$^{-1}$ (мг/кг), рассчитанный согласно разделу 9;

$\Delta$ — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой доли определяемого элемента, млн$^{-1}$ (мг/кг), рассчитываемые по формуле

$$\Delta = \frac{\overline{X} \cdot \delta}{100}, \tag{11}$$

где $\delta$ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 4.

**11.2 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли определяемого элемента с использованием предела измерений**

Если массовая доля определяемого элемента оказывается меньше предела измерения, то дается односторонняя оценка его массовой доли в пробе в виде

менее $X_{LQ}$,

где $X_{LQ}$ — рассчитывается по формуле (12).

$$X_{LQ} = \frac{(C_{гр1} - C_k) \cdot V \cdot K}{m \cdot 1000}, \tag{12}$$

где $C_{гр1}$ — массовая концентрация определяемого элемента в градуировочном растворе с минимальной концентрацией, мкг/дм$^3$;

$C_k$ — концентрация определяемого элемента в контрольном растворе, мкг/дм$^3$;

$V$ — исходный объем раствора минерализата, см$^3$;

$m$ — масса навески пробы, г;

$K$ — коэффициент разбавления;

1000 — коэффициент для пересчета единиц измерений.

**11.3 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли определяемого элемента с использованием верхней границы диапазона измерений**

Если значение $\overline{X}$, рассчитанное по формуле (10), оказывается больше верхней границы диапазона измерений, то дают одностороннюю оценку массовой доли определяемого элемента в образце в млн$^{-1}$ или мг/кг в виде

более $X_{HL}$,

где $X_{HL}$ — верхняя граница диапазона измерений для определяемых элементов, приведенная в таблице 4.

## 12 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает измерение массовой доли определяемых элементов в указанном ниже диапазоне с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 4. Пределы измерений определяемых элементов совпадают с соответствующими нижними границами диапазонов измерений*.

Таблица 4 — Метрологические характеристики

| Определяемый элемент | Диапазон измерений, млн$^{-}$ | Относительный предел повторяемости ($P$ = 0,95, $n$ = 2) $r$, % | Критическая разность ($P$ = 0,95, $n$ = 2) $CD$, % | Границы относительной погрешности ($P$ = 0,95) ±$\delta$, % |
|---|---|---|---|---|
| Хром | От 0,10 до 1,00 включ. | 20 | 24 | 24 |
| Железо | От 0,20 до 1,00 включ. | | | |

* Приведено минимальное значение предела измерения. Конкретное значение предела измерения для образца рассчитывается по формуле (12).

*Окончание таблицы 4*

| Определяемый элемент | Диапазон измерений, млн$^{-}$ | Относительный предел повторяемости ($P$ = 0,95, $n$ = 2) $r$, % | Критическая разность ($P$ = 0,95, $n$ = 2) $CD$, % | Границы относительной погрешности ($P$ = 0,95) ±δ, % |
|---|---|---|---|---|
| Никель | От 0,10 до 1,00 включ. | 18 | 23 | 24 |
| Медь | От 0,02 до 1,00 включ. | | | |
| Цинк | От 0,20 до 1,00 включ | | | |
| Хром, никель | Свыше 1,00 до 5,00 включ. | 13 | 14 | 20 |
| Железо, цинк | Свыше 1,00 до 150,00 включ. | | | |
| Медь | Свыше 1,00 до 25,00 включ. | | | |

## 13 Контроль точности измерений

### 13.1 Контроль точности измерений при проведении градуировки и измерении серии испытуемых растворов

#### 13.1.1 Контроль инструментальной прецизионности

Проверяют соответствие относительного стандартного отклонения $S_{repl}$, %, рассчитанного по результатам измерения текущего раствора, следующему условию

$$S_{repl} \le 7\ \%. \tag{13}$$

Критерий приемлемости по условию (13) применяется, если при контроле инструментальной прецизионности среднее значение измеренного сигнала (частоты импульсов) для данного раствора не менее 10000 с$^{-1}$.

При выполнении условия (13) результат контроля инструментальной прецизионности является положительным, в противном случае — отрицательным.

#### 13.1.2 Контроль коэффициента корреляции градуировочной зависимости

Данная процедура служит для контроля степени отклонения градуировочной кривой от линейной зависимости. При проведении контроля установлен следующий критерий приемлемости

$$0{,}995 \le R, \tag{14}$$

где $R$ — коэффициент корреляции линейной регрессии.

При выполнении условия (14) результат контроля коэффициента корреляции является положительным, в противном случае — отрицательным.

#### 13.1.3 Контроль сигнала внутреннего стандарта

Проверяют соответствие измеренного сигнала (частоты импульсов) внутреннего стандарта следующему условию

$$\left|1 - \frac{A_{ISTD}}{A_{ISTD\,0}}\right| \cdot 100\ \% \le 20\ \%, \tag{15}$$

где $A_{ISTD}$ — измеренный сигнал (частота импульсов) изотопа внутреннего стандарта для градуировочного раствора или раствора пробы, с$^{-1}$;

$A_{ISTD\,0}$ — измеренный сигнал (частота импульсов) изотопа внутреннего стандарта для градуировочного раствора, измеряемого первым, с$^{-1}$.

При выполнении условия (15) результат контроля сигнала внутреннего стандарта является положительным, в противном случае — отрицательным.

#### 13.1.4 Контроль наклона градуировки

Проверяют соответствие измеренной массовой концентрации одного из градуировочных растворов по 8.3.11.3 либо дополнительно приготавливаемого раствора с известной массовой концентрацией, находящейся в диапазоне градуировки, следующему условию

$$|C_{изм} - C_{факт}| \le 0{,}1 C_{факт}, \tag{16}$$

где $C_{изм}$ — измеренная массовая концентрация определяемого элемента, мкг/дм$^3$;

$C_{факт}$ — фактическая (рассчитанная) массовая концентрация определяемого элемента, мкг/дм$^3$.

При выполнении условия (16) результат контроля наклона градуировки является положительным, в противном случае — отрицательным.

**13.1.5 Контроль бланка**

Проверяют соответствие измеренной массовой концентрации нулевого градуировочного раствора (бланка) по 8.3.11.1 следующему условию

$$C_{blank} \le 0{,}02\ C_{max}, \tag{17}$$

где $C_{blank}$ — измеренная концентрация определяемого элемента в бланке, мкг/дм$^3$;

$C_{max}$ — максимальная концентрация контролируемого определяемого элемента в градуировочных растворах, мкг/дм$^3$.

При выполнении условия (17) результат контроля бланка является положительным, в противном случае — отрицательным.

### 13.2 Оперативный контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Результаты двух параллельных измерений считают приемлемыми, если абсолютная величина расхождения между ними по отношению к их среднему арифметическому значению не превышает относительного значения предела повторяемости

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{\overline{X}}} \cdot 100 \le r. \tag{18}$$

Относительное значение предела повторяемости $r$ приведено в таблице 4.

### 13.3 Контроль результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты двух измерений, полученные в условиях воспроизводимости, считают приемлемыми, при соблюдении условия

$$\frac{|\overline{X}_1 - \overline{X}_2|}{\overline{\overline{X}}} \le CD, \tag{19}$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — средние значения результатов измерений одного образца, полученные в разных лабораториях, рассчитанные по формуле (10) при соблюдении условия повторяемости по 13.1, мг/кг;

$CD$ — относительное значение критической разности, %, приведенное в таблице 4;

$\overline{\overline{X}}$ — общее среднее арифметическое значение, рассчитываемое по формуле

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}. \tag{20}$$

### 13.4 Контроль точности

Контроль точности производят путем анализа образца с заранее известным значением массовой доли определяемых элементов — лабораторного контрольного образца (ЛКО).

В качестве ЛКО может быть использован:

- стандартный образец, аттестованная характеристика которого представляет собой массовую долю определяемого элемента;
- образец, значение массовой доли определяемых элементов в котором получено при проведении межлабораторных сличительных испытаний;
- образец с добавкой определяемых элементов.

Лабораторный контрольный образец выбирают таким образом, чтобы с течением времени при хранении он оставался стабильным по массовой доле определяемых элементов.

Относительное расхождение $\Delta_{ЛКО}$, %, между массовой долей определяемых элементов $\overline{X}_{изм}$, млн$^{-1}$ (мг/кг), полученной в результате измерений ЛКО, и известным (приписанным) значением $X_{ат}$, млн$^{-1}$ (мг/кг), определяют по формуле

$$\Delta_{ЛКО} = \frac{\overline{X}_{изм} - X_{ат}}{X_{ат}} \cdot 100. \quad (21)$$

Результат проведения контроля точности считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\Delta_{ЛКО} \le \sqrt{\delta_{ат}^2 + \delta^2}, \quad (22)$$

где $\delta_{ат}$ — границы относительной погрешности аттестованного или приписанного значения массовой доли определяемого элемента в ЛКО, %;

$\delta$ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 4.

### 13.5 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием контрольных карт. Контрольные карты строят по результатам измерений рабочих проб или ЛКО и используют их для проверки стабильности показателей точности.

## Библиография


[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 — О безопасности пищевой продукции

[2] СТБ ISO 17294-1—2007 — Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Общие требования

УДК 664.014:543.51.06(083.74)(476):006.354 МКС 67.050

Ключевые слова: продукция пищевая, определение массовой доли, хром, железо, никель, медь, цинк, метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 07.03.2024. Подписано в печать 25.03.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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