ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ГОСТ Р 51116-2002

КОМБИКОРМА, ЗЕРНО, ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ

Метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина)

КАМБІКАРМЫ, ЗЕРНЕ, ПРАДУКТЫ ЯГО ПЕРАПРАЦОЎКІ

Метад вызначэння змяшчэння дэзаксініваленолу (вамітаксіну)

(ГОСТ Р 51116-97, IDT)

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 636.086.001.4: 006.354 МКС 65.120.19 (КГС С19) IDT

Ключевые слова: зерно, продукты переработки зерна, комбикорма, метод, дезоксиниваленол (вомитоксин), хроматография жидкостная высокоэффективная, экстракция, очистка, раствор градуировочный

ОКП 92 99600

ОКП РБ 15.71.10

Предисловие

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

ВНЕСЕН Управлением стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 27 декабря 2002 г. № 56

3 Настоящий стандарт идентичен государственному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 51116-97 «Комбикорма, зерно, продукты его переработки. Метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина)»

Государственный стандарт Российской Федерации разработан Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы», АООТ «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АООТ «ВНИИКП»)

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Аппаратура, материалы и реактивы 1
4 Подготовка к испытанию 2
5 Проведение испытания 4
6 Обработка результатов 5
7 Контроль точности анализов 6
Приложение А Библиография 8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

КОМБИКОРМА, ЗЕРНО, ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ
Метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина)

КАМБІКАРМЫ, ЗЕРНЕ, ПРАДУКТЫ ЯГО ПЕРАПРАЦОЎКІ
Метад вызначэння змяшчэння дэзаксініваленолу (вамітаксіну)

COMPOUND FEEDS, GRAIN AND GRAIN BY-PRODUCTS
Method for determination of desoxinivalenol (vomitoxin) content

Дата введения 2003-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зерно (пшеницу, кукурузу, ячмень, овес), продукты его переработки (муку, крупу, отруби и др.), комбикорма и устанавливает метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) с использованием жидкостного хроматографа «Милихром».

Сущность метода заключается в экстракции дезоксиниваленола (вомитоксина) из испытуемой пробы смесью ацетонитрила с водой, очистке экстракта на двух последовательных колонках с активированным углем и количественном определении дезоксиниваленола (вомитоксина) с помощью жидкостного хроматографа «Милихром» со спектрофотометрическим детектором на ультрафиолетовую область (далее – с УФ-детектором) в двухволновом режиме.

Пределы определения в пробе – 0,2 – 4,0 мг/кг, в растворе – 1 – 20 нг/мкдм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26312.1-84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г по ГОСТ 24104.

Мельница лабораторная электрическая типа ЭМ-3А, обеспечивающая измельчение пробы до прохода без остатка через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Аппарат для встряхивания проб типа АВУ-6С, обеспечивающий частоту встряхивания 200 колебаний в минуту.

Издание официальное

Хроматограф жидкостный «Милихром» с УФ-детектором со спектральным диапазоном 190 – 360 нм, обеспечивающий одновременное измерение на не менее двух длинах волн, уровень шумов не более 10^{-4} единиц оптической плотности (е. о. п.).

Спектрофотометр типа СФ-26, СФ-46 со спектральным диапазоном 186 – 1100 нм, основная погрешность измерений коэффициента пропускания не более 1 %, градуировки длин волн в УФ области – не более 0,1 нм.

Колонка аналитическая хроматографическая для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) размером 80 × 2 мм, заполненная сорбентом диабонд С 16 с эффективностью не ниже 5000 теоретических тарелок (далее – т. т.).

Колонки хроматографические для жидкостной хроматографии (ЖХ) размером 100 × 5 мм с оттянутым концом и шарообразной верхней частью вместимостью 25 $см^3$.

Баллон с азотом.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Испаритель ротационный марки ИР-2М или насос водоструйный.

Колбы мерные 1 (2)-25 (50, 100) – 2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1 (3)-25 (100, 250) по ГОСТ 1770.

Колбы 0-25 (50)-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки типа П1 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-2-0,5 (1, 2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Колбы плоскодонные конические с притертыми стеклянными или полиэтиленовыми пробками вместимостью 500 $см^3$.

Склянки из темного стекла с притертыми пробками.

Уголь активированный марки ФАС размером частиц от 0,08 до 0,10 мм по [1].

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ по [2].

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Метанол – яд по ГОСТ 6995.

Ацетонитрил для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5 % (оптическая плотность ацетонитрила при длине волны 210 нм относительно воды должна быть не более 0,3 е. о. п.)

Дезоксиниваленол (вомитоксин) кристаллический массовой долей основного вещества не менее 90 %.

Вода бидистиллированная электрическим сопротивлением не менее 12 МОм.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

4 Подготовка к испытанию

4.1 Отбор проб – по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668.

Масса средней пробы исследуемого продукта должна быть не менее 2 кг.

4.2 Подготовка пробы к испытанию

Из средней пробы исследуемого продукта методом квартования выделяют часть пробы массой не менее 100 г и измельчают на лабораторной мельнице до такого состояния, чтобы она проходила без остатка через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Выделенную часть размолотой пробы тщательно перемешивают.

Выделенную часть пробы муки используют для анализа без предварительного размалывания.

4.3 Приготовление элюирующих растворов

Приготавливают смеси ацетонитрила и воды в объемных соотношениях: 0,05 : 1; 0,125 : 1; 0,5 : 1; 1 : 1.

4.4 Приготовление исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина)

Навеску кристаллического дезоксиниваленола (вомитоксина) массой (10 ± 0,01) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем раствора бидистиллированной водой до метки.

Для определения массовой концентрации дезоксиниваленола (вомитоксина) в исходном растворе 3 см^3 исходного раствора переносят в пробирку. Растворитель испаряют в токе азота или при вакууме с помощью водоструйного насоса при нагревании не выше 60 °С досуха. К остатку добавляют 3 см^3 метилового спирта и измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре при длине волны 218 нм в кюветах толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно метилового спирта.

Массовую концентрацию дезоксиниваленола (вомитоксина) в исходном растворе $c_и$, нг/мкдм^3, вычисляют по формуле

$$c_и = \frac{D \cdot 296 \cdot 10^9}{4500 \cdot 10^6}, \quad (1)$$

где D – оптическая плотность исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина), е. о. п.;
296 – молекулярная масса дезоксиниваленола (вомитоксина), г;
4500 – коэффициент молярной экстинкции дезоксиниваленола (вомитоксина), дм^3/моль · см;
10^9 – коэффициент пересчета г в нг;
10^6 – коэффициент пересчета дм^3 в мкдм^3.

4.5 Приготовление градуировочных растворов дезоксиниваленола (вомитоксина)

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят исходный раствор дезоксиниваленола (вомитоксина) в объемах, указанных в таблице 1. Объем жидкости в колбах доводят до метки дистиллированной водой.

Градуировочные растворы хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой в темном месте при температуре около 0 °С не более года.

Таблица 1

Номер колбы	Объем исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина), см^3	Массовая концентрация дезоксиниваленола (вомитоксина) в градуировочном растворе, c_i (i = 1, 2, 3), нг/мкдм^3	Масса дезоксиниваленола (вомитоксина), вводимая в хроматограф с градуировочным раствором, m_i (i = 1, 2, 3), нг
1	5	$c_1 = \frac{c_и \cdot 5}{100}$	$4c_1$
2	10	$c_2 = \frac{c_и \cdot 10}{100}$	$4c_2$
3	25	$c_3 = \frac{c_и \cdot 25}{100}$	$4c_3$

4.6 Подготовка колонок для ЖХ для очистки экстракта

На дно двух хроматографических колонок ЖХ помещают промытые ацетонитрилом ватные тампоны. В одну колонку вносят (0,2 ± 0,05) г (далее – колонка 1), в другую – (0,1 ± 0,05) г (далее – колонка 2) активированного угля. Уплотняют при осторожном постукивании до высоты слоя, не изменяющейся при дальнейшем постукивании.

4.7 Кондиционирование ВЭЖХ колонки

Перед первыми анализами колонку кондиционируют, проводя 3 – 4 холостых опыта, т. е. проводят градиентное элюирование по 5.3 без введения в колонку пробы.

4.8 Градуировка прибора

Для градуировки прибора в колонку ВЭЖХ вводят по 4 мкдм^3 градуировочных растворов и проводят хроматографирование по 5.3. Каждый градуировочный раствор вводят 3 раза. Для каждого пика определяют время удерживания t_i, мин, измеряют высоту пика h_i, мм или е. о. п.

По полученным результатам устанавливают время удерживания дезоксиниваленола (вомитоксина) и погрешность времени удерживания. Среднее время удерживания $\bar{t}$, мин, вычисляют по формуле

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^{n} t_i}{n}, \quad (2)$$

где t_i – время удерживания для i-го градуировочного раствора, мин;

n – количество введенных в хроматограф градуировочных растворов, $n = 9$.

Среднее квадратическое отклонение значения времени удерживания S, мин, вычисляют по формуле

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (t_i - \bar{t})^2 / n - 1}. \quad (3)$$

Границы абсолютной погрешности значения времени удерживания, $\pm Д_t$, мин, вычисляют по формуле

$$Д_t = S \cdot t, \quad (4)$$

где t – критерий Стьюдента для числа степеней свободы $f = n - 1$ ($P = 0{,}95$). Записывают интервал, в котором могут находиться с вероятностью $P = 0{,}95$ значения времени удерживания дезоксиниваленола (вомитоксина) от ($\bar{t} - Д_t$) до ($\bar{t} + Д_t$).

По результатам хроматографирования градуировочных растворов определяют значение градуировочного коэффициента. Для этого сначала вычисляют для каждого градуировочного раствора значение градуировочного коэффициента K_i, нг/мм или нг/е. о. п., по формуле

$$K_i = \frac{m_i}{h_i}, \quad (5)$$

где m_i – масса дезоксиниваленола (вомитоксина), введенная в хроматограф с i-м градуировочным раствором, нг (по данным таблицы 1);

h_i – высота пика i-го градуировочного раствора, мм или е. о. п.

Среднее арифметическое значение градуировочного коэффициента $\overline{K}$, нг/мм или нг/е. о. п., вычисляют по формуле

$$\overline{K} = \frac{\sum_{i=1}^{n} K_i}{n}, \quad (6)$$

где n – количество градуировочных растворов, введенных в хроматограф, $n = 9$.

Значение градуировочного коэффициента контролируют не реже одного раза в месяц. Для этого вводят в хроматограф один из градуировочных растворов и вычисляют для него градуировочный коэффициент K_i. Если при этом $|K_i - \overline{K}| \le 0{,}1\ \overline{K}$, прибор не подлежит переградуировке. В противном случае прибор должен быть отградуирован заново согласно 4.8.

5 Проведение испытания

5.1 Экстракция дезоксиниваленола (вомитоксина) из исследуемого продукта

Навеску исследуемого продукта массой (25 ± 0,05) г помещают в колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см^3, приливают 20 см^3 бидистиллированной воды и затем 105 см^3 ацетонитрила. Колбу закрывают пробкой и встряхивают на аппарате для встряхивания проб в течение 30 мин. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный складчатый фильтр в колбу с притертой пробкой.

5.2 Очистка экстракта

5 см^3 фильтрата (5.1) переносят в колонку 1 ЖХ (4.6) и элюируют в остродонную колбу вместимостью 50 см^3 со скоростью не более 0,5 см^3/мин. С целью ускорения элюирование можно проводить с помощью вакуума водоструйного насоса. Не допуская осушения сорбента, через колонку пропускают 15 см^3 ацетонитрила, собирая элюат в ту же остродонную колбу.

По окончании элюирования из колбы с помощью ротационного вакуумного испарителя при температуре не более 60 °С полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку добавляют 1 см^3 бидистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой и ее стенки осторожно споласкивают находящейся в ней жидкостью. Содержимое колбы с помощью пипетки переносят в колонку 2 (4.6). Стенки

колбы повторно обмывают 1 см^3 бидистиллированной воды, которую также переносят в колонку 2. Колонку 2 промывают 2 см^3 бидистиллированной воды и элюат отбрасывают.

Из колонки 2 дезоксиниваленол элюируют 7,5 см^3 ацетонитрила в остродонную колбу вместимостью 25 см^3. Собранный элюат упаривают досуха с помощью ротационного вакуумного испарителя. Остаток растворяют в 0,2 см^3 метилового спирта. Полученный раствор используют для хроматографического анализа (далее – испытуемый раствор).

5.3 Выполнение измерений

5.3.1 Условия проведения измерений

Измерения проводят в следующих условиях:

а) разделение компонентов проводят на колонке размером 80 × 2 мм;

б) сорбент – диабонд С 16 с эффективностью не менее 5000 т. т.;

в) рабочие длины волн УФ-детектора – 230 и 276 нм (230 нм – опорная длина волны, 276 нм – длина волны для контроля чистоты экстракта);

г) скорость элюирования – 100 мкдм^3/мин.

Элюирование проводят в градиентном режиме. Для этого в шприце насоса готовят элюент с перформированным градиентом. Насос устанавливают в перевернутое положение и набирают последовательно:

600 мкдм^3 воды;

500 мкдм^3 раствора ацетонитрил-вода (0,05 : 1);

600 мкдм^3 раствора ацетонитрил-вода (0,125 : 1);

100 мкдм^3 раствора ацетонитрил-вода (0,5 : 1);

100 мкдм^3 раствора ацетонитрил-вода (1 : 1);

700 мкдм^3 ацетонитрила;

д) объем анализируемого раствора – 4 мкдм^3;

е) чувствительность – 0,1 е. о. п. при 100 милливольтах шкалы самописца.

На приборе устанавливают следующие параметры:

количество образцов – 3;

объем ступеней, мкдм^3: 1 – 600, 2 – 500, 3 – 600, 4 – 100, 5 – 100, 6 – 700;

объем регенерации, мкдм^3 – 200, буфера – 15, пробы – 4, буфера – 10;

расход элюента – 100 мкдм^3/мин; скорость набора – 800 мкдм^3/мин.

5.3.2 Проведение измерений испытуемого раствора

Допускается проведение анализа методом внешнего стандарта.

Если прибор предварительно отградуирован по 4.8, в колонку хроматографа вводят три раза по 4 мкдм^3 испытуемого раствора, полученного по 5.2. По показаниям прибора при двух длинах волны – 230 и 276 нм оценивают чистоту испытуемого раствора согласно инструкции к прибору. Идентификацию пика дезоксиниваленола (вомитоксина) проводят по времени удерживания t, которое должно находиться в интервале, установленном при градуировке: $(\bar{t} - Д_t) \le t \le (\bar{t} + Д_t)$. Измеряют высоту пиков дезоксиниваленола (вомитоксина).

Если прибор предварительно не градуировали, в колонку хроматографа вводят три раза по 4 мкдм^3 испытуемого раствора и градуировочных растворов. Измеряют высоту пиков дезоксиниваленола (вомитоксина) испытуемого раствора и того градуировочного раствора, высота пиков которого наименее отличается от высоты пиков испытуемого раствора.

6 Обработка результатов

6.1 В том случае, когда одновременно с испытуемыми растворами хроматографируют и градуировочные растворы, массовую долю дезоксиниваленола (вомитоксина) X, нг/г, в испытуемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_i \cdot h_{обр.} \cdot 0{,}2 \cdot 125 \cdot 1000}{h_i \cdot 4 \cdot 25 \cdot 5 \cdot 87}, \qquad (7)$$

где m_i – масса дезоксиниваленола (вомитоксина), введенная в хроматограф с i-м градуировочным раствором, высота пика которого наименее отличается от высоты пика испытуемого раствора, нг (определяется по данным таблицы 1);

$h_{обр.}$ – среднее арифметическое значение трех измерений высоты пиков испытуемого раствора, мм или е. о. п.;

h_i – среднее арифметическое значение трех измерений высоты пиков i-го градуировочного раствора, мм или е. о. п.;

0,2 – объем испытуемого раствора дезоксиниваленола (вомитоксина) из образца, $см^3$;

4 – объем испытуемого раствора, введенный в хроматограф, $мкдм^3$;

125 – объем экстракта испытуемой пробы, $см^3$;

5 – объем экстракта испытуемой пробы, взятый для очистки, $см^3$;

25 – масса навески испытуемой пробы, г;

87 – степень извлечения дезоксиниваленола (вомитоксина) из пробы, %;

1000 – коэффициент пересчета $см^3$ в $мкдм^3$.

6.2 Массовую долю дезоксиниваленола (вомитоксина) X, нг/г, в испытуемой пробе с использованием градуировочного коэффициента вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot h_{обр.} \cdot 0{,}2 \cdot 125 \cdot 1000}{4 \cdot 25 \cdot 5 \cdot 87}, \quad (8)$$

где K – градуировочный коэффициент, нг/мм или нг/е. о. п.

6.3 При анализе каждой испытуемой пробы выполняют два параллельных определения, начиная со взятия навески испытуемой пробы по 5.1.

Если расхождение между результатами параллельных определений не превышает $|X_1 - X_2| \le 0{,}01\, d\, \overline{X}$, где X_1, X_2 и $\overline{X}$ – результаты первого и второго параллельных определений и их среднее арифметическое, соответственно, то среднее арифметическое X принимают за результат анализа. В противном случае анализ повторяют. Значение норматива (d) приведено в таблице 2.

По полученному результату анализа и значению относительной погрешности (y, таблица 2) рассчитывают абсолютную погрешность Д, нг/г, по формуле

$$Д = 0{,}01 \cdot y \cdot \overline{X}. \quad (9)$$

Результат анализа представляют в виде: (X ± Д) нг/г при $P = 0{,}95$. Числовое значение результата анализа и его погрешность должны оканчиваться цифрой одного и того же разряда.

Таблица 2 – **Значение нормативов внутреннего оперативного контроля (ВОК) и характеристики погрешности анализа (для вероятности $P = 0{,}95$)**

Диапазон массовой концентрации дезоксиниваленола (вомитоксина), нг/г	Границы относительной погрешности ± y	Значение норматива ВОК, %		
		сходимости d $n = 2$	воспроизводимости D $m = 2$	точности K
0,2 – 2,0	25	24	36	36
Св. 2,0 – 4,0	21	20	30	30

7 Контроль точности анализов

Внутренний оперативный контроль ВОК точности анализов включает контроль сходимости, воспроизводимости и точности результатов анализов. При превышении нормативов ВОК точности проводят повторные анализы. При повторном превышении указанных нормативов анализы приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.1 Сходимость параллельных определений контролируют для каждой анализируемой пробы согласно 6.3.

7.2 Для проведения ВОК воспроизводимости используют рабочие пробы. Пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, получая два результата анализа в разных лабораториях или в одной, причем в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, т. е. используют разные наборы мерной посуды, анализы выполняют в разные дни или два различных аналитика.

Воспроизводимость контрольных анализов, а также воспроизводимость результатов анализа рабочих проб, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа принимают за стабильные и соответствующие условиям проведения контрольных анализов, признают удовлетворительной, если $|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le 0{,}01D\ \overline{\overline{X}}$, где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ и $\overline{\overline{X}}$ – результаты анализа одной и той же пробы, полученные при варьирующих условиях в одной лаборатории или разных лабораториях, и их среднее арифметическое значение, соответственно; D – значение норматива ВОК воспроизводимости (таблица 2).

Периодичность проведения ВОК воспроизводимости не реже одного раза в две недели.

7.3 Для проведения ВОК точности используют рабочие пробы с известной добавкой дезоксиниваленола (вомитоксина). Пробу делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой, а во вторую вводят известную добавку дезоксиниваленола (вомитоксина), а затем анализируют в соответствии с методикой. Добавка должна составлять 50 – 150 % содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) в анализируемой пробе. Результаты получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Точность контрольных анализов признают удовлетворительной, если $|\overline{X}^1 - \overline{x} - C| \le 0{,}01 \cdot K \cdot \overline{X}$, где $\overline{X}^1$, $\overline{X}$ и C – результаты контрольных анализов пробы с известной добавкой, без добавки и значение добавки, соответственно; K – значение норматива ВОК точности при использовании метода добавок (таблица 2).

Контроль точности анализа проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов и после длительного перерыва в работе.

7.4 Результаты ВОК заносят в специальный журнал контроля.

Приложение А
(информационное)

Библиография

[1] ТУ 6-16-3096-89 Уголь активированный

[2] ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

Ответственный за выпуск *И.А.Воробей*

Сдано в набор 21.01.2003 Подписано в печать 06.02.2003 Формат бумаги А4
Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 1,39 Усл. кр.- отт. 1,39 Уч.- изд. л. 0,76 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия ЛВ № 231 от 04.03.98. Лицензия ЛП № 408 от 25.07.2000
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru