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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34462—
2018**

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА

Определение содержания неорганического мышьяка методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2018 г. № 111-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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 октября 2018 г. № 756-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34462—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 октября 2019 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

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

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА

Определение содержания неорганического мышьяка методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Food products, food raw materials, feed. Determination of inorganic arsenic by high-performance liquid chromatography-mass spectrometry with inductively coupled plasma

Дата введения — 2019—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье: рыбу, нерыбные объекты морского промысла, водоросли, рис, корма, кормовую муку из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных (кормовую муку) и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (далее — ВЭЖХ—ИСП-МС) для определения содержания неорганического мышьяка* в диапазоне измерений от 0,03 до 10,00 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—2017** Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.085—2017 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 3770—75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72*[4] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

---

* Мышьяк, входящий в состав наиболее опасных неорганических соединений мышьяка, обладающих высокой степенью токсичности [(соли трехвалентного мышьяка (арсенаты) и пятивалентного — (арсениты)].

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

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

*[4] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13496.0—2016 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

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

ГОСТ 31339—2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31413—2010 Водоросли, травы морские и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

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 за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на извлечении неорганического мышьяка из анализируемой пробы путем обработки ее раствором азотной кислоты и перекиси водорода и количественном определении с помощью ВЭЖХ—ИСП-МС системы.

Количественное определение проводят методом внешнего стандарта по площади пика идентифицированного соединения относительно градуировочной характеристики, полученной при анализе градуировочных растворов.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

4.1 Для определения содержания неорганического мышьяка применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не более 150 г и пределами допускаемой погрешности не более ±0,001 г;
- стандартный образец (СО) раствора ионов мышьяка массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 и относительной погрешностью аттестованного значения не более ±1 %;
- квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой*, позволяющий проводить измерения в диапазоне масс от 3 до 256 атомных единиц массы (а. е. м.), с чувствительностью в пределах (10^4—10^5) имп/с на легких массах (^{7}Li, ^{9}Be), до (10^5—10^6) имп/с — на средних и тяжелых массах (^{59}Co, ^{115}In, ^{238}U) при использовании растворов с концентрацией 1 мкг/дм^3, сопряженный с высокоэффективной жидкостной хроматографической системой, состоящей из бинарного насоса со смесителем, системы фильтрования и дегазации подвижных фаз, термостата хроматографической колонки, компьютера с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром, жидкостным хроматографом и обработки результатов измерений;
- колонку хроматографическую диаметром 4,1 мм, длиной 250 мм, с наполнителем полистеролдивинилбензол/триметиламмоний с размером частиц 10 мкм**;

---

* Например, моделей Varian, Bruker, Analytik Jena. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других моделей с аналогичными характеристиками.

** Например, колонка хроматографическая PRP-X100. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других колонок с аналогичными характеристиками.

- дозаторы одноканальные переменной вместимости 20—200, 200—5000 мм^3 с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ±1 %;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный погружной;
- мельницу лабораторную;
- систему получения деионизированной воды;
- центрифугу лабораторную со скоростью вращения не менее 4000 об/мин и адаптером для пробирок вместимостью 50 см^3;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 200 °С и погрешностью поддержания заданной температуры ±5 °С;
- камеру лабораторную морозильную с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- фильтры мембранные с размером пор не менее 0,45 мкм;
- шприцы полипропиленовые вместимостью 2, 5, 10 см^3;
- виалы (флаконы) для автоматического устройства ввода проб, вместимостью 1 см^3, с завинчивающимися крышками;
- емкости полипропиленовые с навинчиваемыми крышками вместимостью 1 дм^3;
- пипетку 1—2—1—10 по ГОСТ 29227;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 и 50 см^3 с завинчивающимися крышками;
- колбы 1—50(1000)—2 по ГОСТ 1770;
- колбу Кн-1—1000—29/32 по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1—100(250, 500, 1000)—1 по ГОСТ 1770.

4.2 Для определения содержания неорганического мышьяка применяют следующие реактивы:
- аммоний углекислый по ГОСТ 3770, х. ч.;
- аргон газообразный с объемной долей аргона не менее 99,99 %;
- пероксид водорода по ГОСТ 10929, х. ч.;
- воду деионизированную высокой чистоты с удельным сопротивлением 18 МОм·см при температуре 25 °С, полученную с использованием системы производства ультрачистой воды из дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 11125, о. с. ч.;
- метанол с содержанием основного вещества не менее 99,9 %.

4.3 Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также вспомогательного оборудования, реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

5 Требования безопасности и условия выполнения измерений

5.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

5.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

5.3 Приготовление градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу.

5.4 При выполнении измерений с использованием квадрупольного масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, пожаровзрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.018 и правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, — по ГОСТ 12.2.085.

5.5 К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное образование, прошедших соответствующий инструктаж, владеющих техникой ВЭЖХ—ИСП-МС и изучивших инструкции по эксплуатации используемых приборов.

5.6 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:
- температура окружающего воздуха ..... от 16 °С до 27 °С;
- относительная влажность воздуха ..... от 20 % до 80 %.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 200 см^3 деионизированной воды, добавляют 6,6 см^3 азотной кислоты, перемешивают и доводят объем до метки деионизированной водой.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с навинчиваемой крышкой при комнатной температуре — не более 6 мес.

6.1.2 Приготовление смеси раствора азотной кислоты и пероксида водорода в объемном соотношении 9:1

В коническую колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 100 см^3 пероксида водорода и 900 см^3 раствора азотной кислоты (см. 6.1.1), перемешивают.

Срок хранения раствора в полипропиленовой емкости с навинчиваемой крышкой при комнатной температуре — не более 1 мес.

6.1.3 Приготовление подвижных фаз А и Б

6.1.3.1 Для приготовления подвижной фазы А в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 200 см^3 деионизированной воды, добавляют 30 см^3 метанола, перемешивают и доводят объем до метки деионизированной водой.

6.1.3.2 Для приготовления подвижной фазы Б в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 3,84 г углекислого аммония, растворяют в 100 см^3 деионизированной воды, добавляют 30 см^3 метанола и доводят объем до метки деионизированной водой.

Срок хранения растворов при комнатной температуре в полипропиленовых емкостях с навинчиваемыми крышками — не более 1 мес.

6.2 Приготовление градуировочных растворов

6.2.1 Приготовление исходного раствора мышьяка (раствор *С*) массовой концентрации 1000 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 50 мм^3 раствора СО мышьяка и доводят до метки на колбе смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 мес.

6.2.2 Приготовление градуировочных растворов (растворы G_1—G_5)

6.2.2.1 Приготовление градуировочного раствора G_1

Для приготовления градуировочного раствора G_1 с массовой концентрацией мышьяка 50 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 2,5 см^3 исходного раствора *С* (см. 6.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.2 Приготовление градуировочного раствора G_2

Для приготовления градуировочного раствора G_2 с массовой концентрацией мышьяка 30 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 1,5 см^3 исходного раствора *С* (см. 6.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.3 Приготовление градуировочного раствора G_3

Для приготовления градуировочного раствора G_3 с массовой концентрацией мышьяка 10 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 0,5 см^3 исходного раствора *С* (см. 6.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.4 Приготовление градуировочного раствора G_4

Для приготовления градуировочного раствора G_4 с массовой концентрацией мышьяка 2 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 2,0 см^3 градуировочного раствора G_1 (см. 6.2.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.5 Приготовление градуировочного раствора G_5

Для приготовления градуировочного раствора G_5 с массовой концентрацией мышьяка 0,2 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 0,2 см^3 градуировочного раствора G_1 (см. 6.2.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

Срок хранения растворов G_1—G_5 в полипропиленовых пробирках вместимостью 50 см^3 с завинчивающимися крышками при комнатной температуре — не более 1 мес.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб рыбы, нерыбных объектов и продукции из них — по ГОСТ 31339.

7.1.2 Отбор проб водорослей — по ГОСТ 31413.

7.1.3 Отбор проб риса — по ГОСТ 26312.1.

7.1.4 Отбор проб кормов, кормовой муки — по ГОСТ 13496.0.

7.1.5 Пробы, отобранные по 7.1.1, при отсутствии возможности анализа в день отбора, замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С до проведения анализа не более 2 мес.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Рыбу предварительно очищают от крупных костей, кожи, креветки — от панциря, других нецелевых составляющих (головогрудь и остатки внутренностей) и измельчают на гомогенизаторе. Пробы кормов, риса, водорослей измельчают в лабораторной мельнице.

7.2.2 Подготовленную анализируемую пробу массой 0,2 г (рис, кормовая мука, сушеные водоросли, сухие корма и т. д.) или массой 0,5 г (рыба, нерыбные объекты, водоросли-сырец, мороженые водоросли, варено-мороженые водоросли, корма) взвешивают в полипропиленовой пробирке вместимостью 50 $см^3$, вносят 10 $см^3$ смеси раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2) и помещают в сушильный шкаф. Высушивают при температуре от 85 °С до 95 °С в течение 90 мин.

7.2.3 Затем пробу охлаждают до комнатной температуры и центрифугируют при 4000 об/мин в течение 10 мин.

7.2.4 Полученный супернатант фильтруют с помощью шприца через мембранный фильтр в полипропиленовую пробирку вместимостью 15 $см^3$ и используют для ВЭЖХ—ИСП-МС.

7.3 Приготовление холостой пробы

Приготовление холостой пробы для контроля чистоты реактивов и посуды проводят по 7.2, не добавляя пробу.

8 Проведение измерений

8.1 Подготовка к выполнению измерений

8.1.1 Параметры настройки масс-спектрометрической системы

Перед началом каждой серии измерений контролируют чувствительность и стабильность работы прибора в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации. Проверку разрешения и градуировку шкалы масс проводят с периодичностью, установленной в руководстве (инструкции) по эксплуатации конкретного прибора.

Настраивают параметры масс-спектрометрической системы в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. Прибор выдерживают во включенном состоянии и зажженной плазмой в течение 20 мин до начала измерений и используют следующие параметры*:

а) потоки аргона, $дм^3$/мин:
- плазмообразующий — 12,
- вспомогательный — 1,3,
- охлаждающий — 0,14,
- транспортирующий — 1,0;

б) глубина положения горелки — 7,5 мм;

в) мощность генератора — 1,20 кВт;

г) температура распылительной камеры — 3 °С;

д) распылитель — стеклянный Бабингтона;

е) настройки ионной оптики, В:
- первая экстракционная линза — 0,
- вторая экстракционная линза — минус 130,

---

* Приведены настройки для указанного оборудования. Оптимизация параметров проводится по необходимости, и значения параметров могут отличаться от приведенных.

- третья экстракционная линза — минус 330,
- угловая линза — минус 267,
- левая линза зеркала — 40,
- правая линза зеркала — 32,
- нижняя линза зеркала — 29,
- входная линза — 0,
- дополнительное смещение — минус 3,0,
- входной анод — минус 30,
- полюс смещения — минус 2,0;

ж) реакционно-столкновительный интерфейс:

- поток аргона в скиммер конус — 70 $см^3$/мин,
- поток аргона в самплер конус — нет.

8.1.2 Параметры настройки хроматографической системы

Жидкостный хроматограф включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры рабочих режимов хроматографического разделения.

Например, для колонки длиной 250 мм, диаметром 4,1 мм, с наполнителем полистеролдивинилбензол/триметиламмоний с размером частиц 10 мкм соблюдают следующие условия хроматографирования:

- температура термостата колонки . . . . . 25 °С;
- скорость потока подвижной фазы. . . . . 1,0 $см^3$/мин;
- объем вводимой пробы . . . . . 25 $мм^3$.

Разделение проводят в режиме градиентного элюирования в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б,%
0—3,0	90	10
3,0—13,0	0	100
13,0—17,0	90	10

8.2 Построение градуировочной характеристики

8.2.1 Построение и расчет градуировочной характеристики проводят методом внешнего стандарта в каждой серии анализов с помощью компьютерной системы обработки данных.

8.2.2 Для установления градуировочной характеристики в инжектор хроматографа вводят по 25 $мм^3$ градуировочных растворов G_1—G_5, приготовленных по 6.2.2 в условиях, указанных в 8.1.2. Для каждого уровня концентрации проводят не менее двух измерений.

8.2.3 С помощью компьютерной системы обработки данных устанавливают линейную градуировочную характеристику как зависимость массовой концентрации от площади пика.

Расчеты коэффициентов градуировочной характеристики выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

8.2.4 Градуировочная зависимость считается приемлемой, если значение квадрата коэффициента корреляции (коэффициент регрессии) для градуировочной характеристики не менее 0,98.

8.3 ВЭЖХ—ИСП-МС измерение

8.3.1 Для определения содержания неорганического мышьяка проводят измерения в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования.

8.3.2 ВЭЖХ—ИСП-МС анализ выполняют в виде серии измерений, включающей:

- холостую пробу (см. 7.3);
- градуировочные растворы (см. 6.2.2.1—6.2.2.5);
- экстракты анализируемых проб, приготовленных по 7.2.

8.3.3 Для контроля сходимости проводят измерения и обработку результатов двух параллельных измерений каждой анализируемой пробы.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Программное обеспечение автоматически рассчитывает площади пиков и массовые концентрации неорганического мышьяка в экстрактах анализируемых проб, используя градуировочную зависимость, построенную при анализе градуировочных растворов.

Метод обработки хроматограммы — по внешнему стандарту.

Расчеты площадей пиков и содержания соединений выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

9.2 Содержание неорганического мышьяка в анализируемой пробе X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m \cdot 1000}, \quad (1)$$

где C — расчетная массовая концентрация неорганического мышьяка в экстракте пробы, мкг/дм^3,

V — объем экстракта, см^3;

m — масса анализируемой пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета, дм^3.

9.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2). При невыполнении этого условия результат измерений устанавливают согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.2.3 и 5.2.4).

Окончательный результат измерений округляют до второй значащей цифры и выражают в миллиграммах на килограмм (мг/кг).

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений содержания неорганического мышьяка с расширенной неопределенностью результатов измерений при коэффициенте охвата $k = 2$, указанной в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели точности метода при измерении содержания неорганического мышьяка

Диапазон измерений содержания неорганического мышьяка, мг/кг	Значение относительной расширенной неопределенности U, %, при коэффициенте охвата $k = 2$	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
От 0,03 до 0,5 включ.	32	8	16	22
Св. 0,5 до 10,0 включ.	20	5	10	14

11 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm 0{,}01 \cdot U \cdot \overline{X}, \text{ при } k = 2, \quad (2)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов n измерений, признанных приемлемыми, мг/кг;

U — значение относительной расширенной неопределенности для соответствующего диапазона измерений содержания неорганического мышьяка (см. таблицу 2).

12 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.3) с использованием контрольных карт Шухарта.

УДК 664:543.544:006.354

МКС 67.050
67.120

Ключевые слова: пищевые продукты, продовольственное сырье, корма, неорганический мышьяк, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой

БЗ 10—2018/17

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.10.2018. Подписано в печать 24.10.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении 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