ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ 33413-2015

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение массовой доли олова атомно-абсорбционным методом

СЫРАВІНА І ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ

Вызначэнне масавай долі волава атамна-абсарбцыйным метадам

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 — 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 — 2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 78-П от 22 июля 2015 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ.МН 1878-2003 «Методика выполнения измерений массовой доли олова атомно-абсорбционным методом», аттестованной БелГИМ. Свидетельство об аттестации № 283-1/2003 от 27.03.2003.

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 августа 2015 г. № 38 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 августа 2016 г.

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Определение массовой доли олова атомно-абсорбционным методом

Сыравіна і прадукты харчовыя
Вызначэнне масавай долі волава атамна-абсарбцыйным метадам

Raw material and food-stuffs
Determination of mass fraction of tin using atomic absorption

Дата введения — 2016-08-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сырье и продукты пищевые и устанавливает метод пламенной атомной абсорбции для определения массовой доли олова.

Диапазон измерений массовой доли олова составляет от 25,0 млн$^{-1}$(мг/кг) до 1000,0 млн$^{-1}$(мг/кг). Предел измерения массовой доли олова составляет 25,0 млн$^{-1}$(мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.003—91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. 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 **диапазон градуировки:** Интервал массовых концентраций олова в растворе, в котором допускается проводить измерения в соответствии с настоящим стандартом без проведения автоматического разбавления.

Издание официальное

3.2 **верхняя граница диапазона градуировки:** Массовая концентрация олова, выше которой программное обеспечение спектрометра не производит обработку измеренного значения абсорбции с использованием градуировочного графика без проведения автоматического разбавления.

3.3 **нижняя граница диапазона градуировки:** Минимальная массовая концентрация олова в градуировочном растворе.

4 Сущность метода

Для измерения массовой доли олова используется метод, предусматривающий сухое озоление пробы, растворение полученной золы в соляной кислоте с последующим определением массовой концентрации олова в растворе минерализата методом пламенной атомной абсорбции.

5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

5.1 Требования безопасности

При выполнении работ по определению олова 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 оборудования, применяемого при проведении измерений, в том числе с сосудами, работающими под давлением.

5.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению работ по проведению измерений допускаются лица, имеющие 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.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 235,5 нм, укомплектованный горелкой для пламени ацетилен — закись азота, корректором фонового поглощения и источником резонансного излучения олова и имеющий программное обеспечение, позволяющее рассчитывать массовую концентрацию определяемого элемента по предварительно построенному градуировочному графику.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457 в баллонах (99%-ной чистоты).

Баня водяная лабораторная.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 500 г, пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ±0,01 г.

Гомогенизатор лабораторный или блендер.

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

Щипцы тигельные.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 450 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

Электроплитка лабораторная.

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

Колбы конические Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29228.

Стаканы Н–1—100 или Н–1—150 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—25—2 или 3—25—2, 1—50—2 или 3—50—2 по ГОСТ 1770.

Фильтры обеззоленные диаметром 7 см или 9 см (синяя лента).

Чаши кварцевые вместимостью 100 $см^3$, 160 $см^3$ по ГОСТ 19908 или чаши фарфоровые № 3, 4 по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Закись азота (99,5%-ной чистоты).

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч плотностью 1,179 $г/см^3$.

Стандартный образец состава раствора ионов олова с массовой концентрацией 1,00 $г/дм^3$ и относительной погрешностью аттестованного значения ±1,0 %.

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

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Отбор и подготовка проб

Отбор проб производят в соответствии с действующими нормативными документами на отбор проб соответствующего вида продукции.

8.2 Подготовка лабораторной посуды

Новую и сильно загрязненную лабораторную посуду после мойки в растворе моющего средства промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду промывают горячим раствором соляной кислоты с объемным соотношением кислота : вода, равным 1:1, ополаскивают дистиллированной водой 2 раза и сушат.

8.3 Приготовление растворов

8.3.1 Раствор соляной кислоты с объемным соотношением кислота : вода, равным 1:1

В плоскодонную колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ дистиллированной воды и прибавляют при помешивании 100 $см^3$ соляной кислоты. Раствор хранят при не выше 25 °С не более 2 мес.

8.3.2 Раствор соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 $моль/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ вносят отмеренные цилиндром 215 $см^3$ соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. При использовании кислоты плотностью, отличной от указанной в разделе 7, ее объем необходимо пересчитывать. Раствор хранят при температуре не выше 25 °С не более 2 мес.

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

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ дистиллированной воды и прибавляют при помешивании 100 $см^3$ азотной кислоты. Раствор хранят при температуре 15 °С до 25 °С не более 2 мес.

8.4 Приготовление градуировочных растворов олова

Для приготовления градуировочных растворов с массовой концентрацией олова 50 $мг/дм^3$, 20 $мг/дм^3$, 10 $мг/дм^3$ в три мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят пипеткой соответственно 2,5; 1; 0,5 $см^3$ раствора стандартного образца с массовой концентрацией олова 1,00 $мг/см^3$, и доводят до метки раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 $моль/дм^3$, приготовленным по 8.3.2.

Затем готовят градуировочный раствор с массовой концентрацией 5 $мг/дм^3$. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят пипеткой 5 $см^3$ градуировочного раствора с массовой концентрацией олова 50 $мг/дм^3$ и доводят до метки раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 $моль/дм^3$, приготовленным по 8.3.2.

При использовании системы автоматического разбавления допускается готовить один основной градуировочный раствор с массовой концентрацией олова 50 мг/дм^3, из которого с помощью данной системы в оперативном режиме готовят остальные градуировочные растворы.

Количество градуировочных растворов должно быть четыре, а значения их массовых концентраций должны быть равномерно распределены в интервале от 5 мг/дм^3 до 50 мг/дм^3.

Приготовленные растворы хранят в темноте при температуре не выше 25 °С не более 3 мес.

8.5 Нулевой градуировочный раствор (бланк)

В качестве нулевого градуировочного раствора (бланка) применяют раствор соляной кислоты по 8.3.2.

8.6 Подготовка проб к измерениям

Для проведения измерений используют пробу по 8.1.

Продукты, содержащие углекислый газ (пиво, шипучие и игристые вина, газированные напитки), освобождают от него.

При анализе пива колбу вместимостью 1000 см^3 на треть заполняют пивом (температура продукта должна быть 15 °С — 25 °С), закрывают пробкой с отверстием, в которое вставлена трубка, и встряхивают в течение 20 — 30 мин.

Пробы вин и газированных напитков освобождают от углекислого газа путем создания вакуума при помощи водоструйного насоса в течение 1 — 2 мин до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности жидкости.

В чашку берут навеску продукта из подготовленной к измерениям пробы, взвешенную с погрешностью ±0,01 г. Значения масс навесок для различных видов продуктов указаны в таблице 1. Для испытания отбирают две параллельные навески.

Таблица 1

Наименование образца	Масса навески, г
Продукты переработки фруктов, овощей	5
Печень, почки и другие внутренние органы	5
Консервы мясные и мясорастительные	5
Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные, водоросли и продукты их переработки	5
Молочные консервы	10
Пиво, газированные напитки, вина	20

Масса навески для продуктов, не указанных в таблице 1, должна находиться в пределах 5 — 20 г, и определяется для каждого конкретного вида продукта с учетом имеющихся предварительных данных о массовой доле олова, сложности неорганической матрицы образца и протекании процесса минерализации.

8.7 Минерализация пробы

При содержании в продукте до 20 % влаги чашу с навеской помещают на электроплитку и осторожно проводят обугливание, не допуская сильного дымления. После прекращения выделения дыма чашу помещают в электропечь при температуре 250 °С.

При содержании влаги в продукте от 20 % до 80 % чашу с навеской помещают на кипящую водяную баню или в сушильный шкаф при температуре 150 °С, или на электрическую плитку и удаляют влагу. Затем осторожно обугливают содержимое чаши на электрической плитке до прекращения выделения дыма, не допуская сильного дымления, воспламенения и выбросов. Чашу помещают в электропечь при температуре 250 °С.

Для продукции, содержащей более 20 % сахаров или влаги от 20 % до 80 %, температура электропечи должна быть 150 °С.

При содержании в продукте влаги более 80 % навеску в чаше обрабатывают следующим образом:

- пиво, вина, напитки, соки, плодоовощные консервы на электроплитке упаривают досуха и проводят обугливание до прекращения выделения дыма, затем помещают в электропечь при температуре (150 °С);

- к навеске жидких молочных продуктов добавляют 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты по 8.3.3, перемешивают, помещают на электроплитку и осторожно проводят обугливание до прекращения выделения дыма, затем чашу помещают в электропечь при температуре 250 °С.

После окончания обугливания минерализацию проб проводят в электропечи, постепенно (на 50 °С через каждые 30 мин) повышая температуру до 450 °С. Продолжают минерализацию при этой температуре до получения серой золы.

Чашу с золой вынимают из электропечи, охлаждают до комнатной температуры и смачивают содержимое по каплям минимальным количеством раствора азотной кислоты по 8.3.3. Выпаривают кислоту досуха на электроплитке со слабым нагревом и снова помещают чашу с пробой в электропечь при температуре 250 °С, доводят температуру за 20 мин до 350 °С и выдерживают в течение 30 мин. Указанный цикл повторяют несколько раз. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белого или слегка окрашенного цвета, без обугленных частиц. При наличии обугленных частиц повторяют обработку золы раствором азотной кислоты по 8.3.3.

Одновременно с пробами в каждой серии испытаний в чашу без навески (контрольная чаша) вносят те же количества реактивов, что и в чаши с навесками и проводят ее через все стадии минерализации.

8.8 Приготовление раствора пробы после проведения минерализации

Золу, полученную при минерализации (8.7), осторожно растворяют в чашке (тигле) в 9 $см^3$ раствора соляной кислоты по 8.3.1, нагревая при необходимости на водяной бане или электроплитке. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Если зола растворяется не полностью, раствор отфильтровывают через фильтр, смоченный раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 моль/$дм^3$, в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, осадок промывают этим же раствором соляной кислоты по 8.3.2 и отбрасывают, фильтрат в мерной колбе доводят этой же кислотой до метки. Полученный раствор хранят не более трех суток при температуре не выше 25 °С.

8.9 Приготовление контрольных растворов

Одновременно с пробой контрольная проба проходит все стадии пробоподготовки по 8.7. Приготовление контрольного раствора производят по 8.8.

8.10 Разбавление растворов

Разбавление раствора пробы и контрольного раствора производят в случаях, указанных в 9.3.

Аликвоту раствора пробы или контрольного раствора вносят в мерную колбу. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 моль/$дм^3$ по 8.3.2, и перемешивают.

Объем аликвоты и вместимость мерной колбы подбирают в зависимости от требуемого коэффициента разбавления, рассчитываемого по формуле (4).

Коэффициент разбавления выбирают таким образом, чтобы измеренная массовая концентрация элемента в разбавленном растворе находилась в диапазоне градуировки.

8.11 Подготовка спектрометра к работе и выбор условий измерения

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют по прилагаемой к спектрометру технической документации. При настройке спектрометра необходимо выполнение следующих действий, способствующих уменьшению дрейфа, увеличению чувствительности и отношения сигнал/шум:

- прогрев источника резонансного излучения перед началом измерений до получения стабильной интенсивности излучения;
- юстировка источника резонансного излучения;
- точная настройка монохроматора на резонансную линию по максимуму излучения;
- регулировка соотношения расхода закись азота/ацетилен для получения восстановительного пламени и юстировка горелки по максимуму измеренной абсорбции градуировочного раствора максимальной массовой концентрации;
- прогрев включенной горелки перед началом измерений с одновременной ее промывкой дистиллированной водой;

Рекомендуемые параметры аналитического метода:

- длина волны — 235,5 нм;
- ширина щели монохроматора — 0,5 нм;

- фоновая коррекция — включена;
- время измерения 5 — 10 с.

Остальные параметры рабочего режима устанавливают в соответствии с рекомендациями, указанными в прилагаемой к спектрометру технической документации.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Проведение градуировки

В ходе градуировки последовательно измеряют нулевой градуировочный раствор (бланк), устанавливая нуль градуировки, и градуировочные растворы в порядке возрастания массовой концентрации.

Обработку аналитического сигнала (абсорбции) при единичных измерениях и построение градуировочного графика производят с помощью программного обеспечения спектрометра.

При проведении градуировки или сразу же после ее построения проводят контроль приемлемости градуировки по 9.2. Контролируют инструментальную прецизионность по 9.2.1 для каждого градуировочного раствора, кроме нулевого, и достоверность аппроксимации градуировочной функции по 9.2.2. При получении отрицательного результата контроля приемлемости градуировки следует прервать проведение градуировки (измерений), устранить причины, приведшие к появлению отрицательного результата, и выполнить градуировку повторно.

9.2 Контроль приемлемости градуировки

9.2.1 Контроль инструментальной прецизионности

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

$$S_{repl} \le 1\%. \quad (1)$$

При невыполнении условия (1) необходимо повторно провести измерение данного раствора. Если при повторном измерении условие (1) не выполняется, то результат контроля инструментальной прецизионности является отрицательным.

9.2.2 Контроль достоверности аппроксимации градуировочной функции

Проверяют соответствие условию (2) коэффициента достоверности аппроксимации (R^2) градуировочной функции

$$R^2 \ge 0{,}9995. \quad (2)$$

При невыполнении условия (2) результат контроля достоверности аппроксимации градуировочной функции является отрицательным.

9.3 Проведение измерений

Измерения растворов проб производят сериями, включающими не более 10 растворов. В ходе измерений для растворов проб, у которых измеренная абсорбция выше значения, соответствующего нижней границе диапазона градуировки, выполняют контроль инструментальной прецизионности в соответствии с 9.2.1.

Проводят измерение серии растворов проб и контрольных растворов. Растворы, результаты измерений которых при проведении контроля инструментальной прецизионности не соответствуют условию (1), подлежат повторному измерению. Если при этом повторно получены неудовлетворительные результаты контроля инструментальной прецизионности, то производят поиск и устранение причин, приведших к появлению неудовлетворительных результатов контроля, после чего проводят измерение данных проб повторно.

Массовую концентрацию олова в растворе рассчитывают в случае, если измеренное значение абсорбции не превышает верхней границы диапазона градуировки. При получении результатов измерений абсорбции, превышающих верхнюю границу диапазона градуировки, разбавляют раствор пробы по 8.10, и измеряют разбавленный раствор. Допускается использовать для разбавления растворов систему автоматического разбавления при выполнении условия

$$C_x \le DF_{max} \cdot C_{max\,grad}, \quad (3)$$

где C_x — измеренная массовая концентрация олова в растворе, мг/дм^3;

DF_{max} — максимальное допустимое значение фактора разбавления, определяемое согласно техническим документам по эксплуатации спектрометра;

$C_{max\,grad}$ — верхняя граница диапазона градуировки, мг/дм^3.

Результат измерения разбавленного раствора пробы должен находиться в диапазоне градуировки.

В конце каждой серии проводят контроль стабильности градуировки по 9.4. В случае получения отрицательного результата контроля стабильности градуировки производят повторную градуировку и измерение растворов текущей серии.

9.4 Контроль стабильности градуировки

9.4.1 Контроль нуля градуировки

Измеряют массовую концентрацию нулевого градуировочного раствора (бланка). Если полученная величина больше 2 % от массовой концентрации максимального градуировочного раствора, то прерывают работу и производят поиск и устранение причин, приведших к появлению повышенного сигнала бланка, после чего выполняют повторную градуировку и измерение растворов проб.

9.4.2 Контроль наклона градуировки

Измеряют раствор с заданной массовой концентрацией, которая находится в пределах от середины до верхней границы диапазона градуировки. Полученная величина не должна отклоняться от фактического значения массовой концентрации более чем на 10 %.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Расчет коэффициента разбавления

Коэффициент разбавления K определяют по формуле

$$K = \frac{V_p}{V_a}, \quad (4)$$

где V_p — объем разбавленного раствора, см^3;

V_a — объем аликвоты, взятый для разбавления, см^3.

10.2 Расчет массовой доли элемента в пробе

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

$$X = \frac{(C_x - C_k) \cdot V \cdot K}{m}, \quad (5)$$

где C_x — массовая концентрация элемента в растворе пробы, мг/дм^3;

$C_к$ — массовая концентрация элемента в контрольном растворе, мг/дм^3;

V — исходный объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления.

Расчет ведут до второго десятичного знака.

Если разность $C_x - C_к$ оказывается меньше нижней границы диапазона градуировки (минимального значения массовой концентрации градуировочных растворов), то расчет по формулам (5), (6) не производят, а дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием предела измерения по 11.2.

10.3 Окончательный результат измерений

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений при выполнении условия повторяемости по 13.2

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (6)$$

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

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

При получении значения $\bar{X}$ меньше предела измерений, равного 25,0 млн$^{-1}$(мг/кг) дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием предела измерений по 11.2.

При получении значения $\bar{X}$ больше верхней границы диапазона измерений, равной 1000,0 млн$^{-1}$(мг/кг), дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием верхней границы диапазона измерений по 11.3.

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

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

где $\bar{X}$ — результат измерений, млн$^{-1}$(мг/кг), полученный в соответствии с настоящим стандартом и рассчитанный согласно разделу 10;

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

$$\Delta = \frac{\bar{X} \cdot \delta}{100}, \quad (7)$$

где δ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 2.

11.2 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли олова с использованием предела измерений

Если величина массовой доли олова X оказывается меньше предела измерения 25,0 млн$^{-1}$(мг/кг), то дают одностороннюю оценку массовой доли олова в образце в миллионных долях (млн$^{-1}$) или в миллиграммах на килограмм (мг/кг), в виде

менее 25,0

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

Если значение $\bar{X}$, рассчитанное по формуле (6) оказывается больше верхней границы диапазона измерений 1000,0 млн$^{-1}$(мг/кг), то дают одностороннюю оценку массовой доли олова в образце в миллионных долях (млн$^{-1}$) или в миллиграммах на килограмм (мг/кг), в виде

более 1000,0

12 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает измерение массовой доли олова в указанном ниже диапазоне с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений, млн$^{-1}$(мг/кг)	Относительный предел повторяемости ($P = 0,95$, $n = 2$) r, %	Критическая разность ($P = 0,95$, $n = 2$) CD, %	Границы относительной погрешности ($P = 0,95$) $\pm\delta$, %
От 25,0 до 1000,0 включ.	20	30	24

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Оперативный контроль точности результатов измерений, производимый в ходе градуировки и измерений растворов проб

В ходе градуировки и измерений проводят следующие процедуры контроля точности результатов измерений:

- контроль инструментальной прецизионности, выполняемый по 9.2.1;
- контроль достоверности аппроксимации градуировочной функции, выполняемый по 9.2.2;
- контроль нуля градуировки, выполняемый по 9.4.1;
- контроль наклона градуировки, выполняемый по 9.4.2.

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 *r*

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \cdot 100 \le r, \qquad (8)$$

Относительное значение предела повторяемости *r* приведено в таблице 2.

13.3 Контроль результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

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

$$\frac{|\bar{X}_1 - \bar{X}_2|}{\bar{\bar{X}}} \le CD, \qquad (9)$$

где $\bar{X}_1$ и $\bar{X}_2$ — средние значения результатов измерений одного образца, полученные в разных лабораториях, рассчитанные по формуле (5) при соблюдении условия повторяемости по 13.2, млн$^{-1}$(мг/кг);

CD — значение критической разности, млн$^{-1}$(мг/кг), приведенное в таблице 2;

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

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2} \qquad (10)$$

При невыполнении условия (9) для разрешения различий между результатами, полученными двумя лабораториями, используют процедуры, указанные в ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

13.4 Контроль точности

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

В качестве ЛКО может быть использован:

- стандартный образец;
- образец, значение массовой доли олова в котором получено при проведении межлабораторных сличительных испытаний;
- образец с добавкой олова.

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

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

$$\Delta_{ЛКО} = \frac{|\bar{X}_{изм} - X_{ат}|}{X_{ат}} \cdot 100, \qquad (11)$$

при этом должно выполняться условие

$$\Delta_{ЛКО} \le \sqrt{\delta_{ат}^2 + \delta^2}, \qquad (12)$$

где $\delta_{ат}$ — относительная погрешность массовой доли олова в ЛКО, %;

δ — относительное значение показателя точности, %, приведенное в таблице 2.

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.

УДК 664.014:543.632.495:543.421(083.74)(476) МКС 71.040.40; 71.100.70

Ключевые слова: сырье продовольственное, продукты пищевые, определение содержания олова, атомно-абсорбционный метод, минерализация, стандартный раствор

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 18.04.2016. Подписано в печать 02.05.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,63 Уч.-изд. л. 0,75 Тираж 2 экз. Заказ 951

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru