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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34141— 2017

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом 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 2017 г. № 102-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 сентября 2017 г. № 1094-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34141—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2018 г.

*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, 2017, 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы 2
5 Требования безопасности и условия выполнения измерений 3
6 Подготовка к проведению измерений 3
7 Отбор и подготовка проб 5
8 Проведение ИСП-МС-измерений 6
9 Обработка результатов ИСП-МС-измерений 8
10 Метрологические характеристики 9
11 Оформление результатов измерений 9
12 Контроль качества измерений 10

МКС 65.120, 67.100, 67.120, 67.180

Поправка к ГОСТ 34141—2017 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (Издание, декабрь 2018 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 4.1, первое перечисление	максимальной нагрузкой не более 150 г и	—

(ИУС № 2 2020 г.)

МКС 65.120
67.100
67.120
67.180

Поправка к ГОСТ 34141—2017 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Food products, feed, food raw.
Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead by the method of inductively coupled plasma-mass spectrometry

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье: мясо (все виды животных), в том числе мясо птицы, субпродукты, молоко, молочные продукты, в том числе сыр, рыбу, нерыбные объекты, мед, корма, кормовые добавки и устанавливает метод определения массовой доли мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (далее — ИСП-МС).

Диапазон измерений: для мышьяка и свинца — от 0,01 до 500,00 млн$^{-1}$ (от 0,01 до 500,00 мг/кг); для кадмия — от 0,005 до 100,000 млн$^{-1}$ (от 0,005 до 100,000 мг/кг); для ртути (кроме молока и молочных продуктов) — от 0,010 до 20,000 млн$^{-1}$ (от 0,010 до 20,000 мг/кг); для ртути (в молоке и молочных продуктах) — от 0,002 до 20,000 млн$^{-1}$ (от 0,002 до 20,000 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 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 12.2.085—2002 Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. 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 ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике**

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269—2015 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

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

Издание официальное

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

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

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 31467—2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 31671—2012 (EN 13805:2002) Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если 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 измерении содержания мышьяка, кадмия, ртути и свинца в растворе, полученном путем минерализации пробы азотной кислотой в микроволновой печи под давлением, с помощью масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой. Концентрации элементов в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, представляющему собой зависимость интенсивности сигнала от концентрации элемента, построенному по результатам измерений серии градуировочных растворов.

Для коррекции матричных эффектов и дрейфа чувствительности масс-спектрометра используют внутренний стандарт.

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

4.1 Для определения массовой доли (содержания) мышьяка, кадмия, ртути и свинца применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду и материалы:

- 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;
- весы утвержденного типа с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более 0,2 мг;
- квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой, с диапазоном измерений от 3 до 256 атомных единиц массы (а. е. м.), укомплектованный компьютером с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром и обработки результатов измерений, генератором водорода и системой автоматической подачи образцов (автосамплером);
- государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов мышьяка, кадмия, свинца, ртути с массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 и относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 1 %;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный погружной;
- мельницу лабораторную;
- печь микроволновую лабораторную для экспрессной подготовки проб мощностью 1600 Вт, укомплектованную сосудами для разложения проб и датчиками контроля давления и температуры;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18 МОм · см;
- виалы полимерные вместимостью 50 см^3 с завинчивающимися крышками;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 см^3 для автосамплера с завинчивающимися крышками;

- колбы мерные 1—50(1000)—2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1—50—1 по ГОСТ 1770;
- пипетки стеклянные по ГОСТ 29227;
- дозаторы пипеточные одноканальные переменной вместимости 0,5—10,0, 5—50, 20—200 и 20—5000 мм^3 с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %;
- фильтры нейлоновые мембранные с диаметром пор не более 0,2 мкм;
- камеру лабораторную морозильную с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- систему для азеотропной перегонки кислот, предназначенную для производства чистой кислоты, с использованием принципа выпаривания при нормальном давлении и температуре ниже точки кипения.

4.2 Для определения массовой доли (содержания) мышьяка, кадмия, ртути и свинца применяют следующие реактивы:

- воду деионизированную для ВЭЖХ, полученную с использованием системы производства ультрачистой воды из дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную концентрированную (водный раствор с массовой долей не менее 65 %, плотностью 1,4 г/см^3) высокой степени чистоты;
- раствор внутреннего стандарта с массовой концентрацией висмута и индия по 10 мг/дм^3;
- раствор с массовой концентрацией золота 1000 мг/дм^3 для стабилизации ртути в растворе и уменьшения эффекта памяти.

4.3 Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов и материалов по качеству и чистоте не ниже указанных в настоящем стандарте.

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 необходимо 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. Приготовление градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу.

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

5.4 К выполнению измерений методом ИСП-МС допускаются лица, владеющие техникой ИСП-МС и изучившие инструкции по эксплуатации применяемого оборудования.

5.5 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха ..... от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха ..... от 20 % до 80 %.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка лабораторной посуды и реактивов

6.1.1 Мойку и сушку посуды проводят в отдельном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией.

6.1.2 Стеклянную посуду подвергают стандартной процедуре очистки лабораторной посуды с последующей последовательной промывкой 2%-ным раствором азотной кислоты (см. 6.2) и деионизированной водой. Полипропиленовые виалы и пробирки используют однократно.

6.1.3 Каждую новую партию реактивов проверяют на отсутствие контаминации определяемыми элементами путем проведения измерения фонового градуировочного раствора (см. 6.3.6) в соответствии с процедурой анализа.

6.2 Приготовление 2%-ного раствора азотной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят около 500 см^3 деионизированной воды, осторожно добавляют 20 см^3 азотной кислоты, доводят до метки деионизированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более одного года.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление многоэлементного раствора мышьяка, кадмия и свинца (раствор C_0) массовой концентрацией 1000 мкг/дм^3

Для приготовления многоэлементного раствора C_0 с массовой концентрацией каждого элемента 1000 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят по 50 мм^3 стандартных растворов мышьяка, кадмия, свинца и доводят раствор до метки 2%-ным раствором азотной кислоты (см. 6.2).

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

6.3.2 Приготовление рабочих растворов мышьяка, кадмия, свинца (растворы C_1, C_2, C_3)

Рабочие растворы C_1, C_2, C_3 готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3 в соответствии с рисунком 1.



Рисунок 1 — Приготовление рабочих растворов C_1, C_2, C_3

Растворы хранят в виалах при комнатной температуре. Срок хранения раствора C_1 — не более 3 мес, C_2 — не более 2 мес, C_3 — используют в день приготовления.

6.3.3 Приготовление раствора ртути (раствор C_0') массовой концентрацией 1000 мкг/дм^3

Для приготовления раствора C_0' с массовой концентрацией ртути 1000 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 50 мм^3 стандартного раствора ртути, добавляют 10 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают. Срок хранения раствора при комнатной температуре в темном месте — не более 6 мес.

6.3.4 Приготовление рабочих растворов ртути (растворы C_1', C_2', C_3')

Рабочие растворы C_1', C_2', C_3' готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3 в соответствии с рисунком 2.

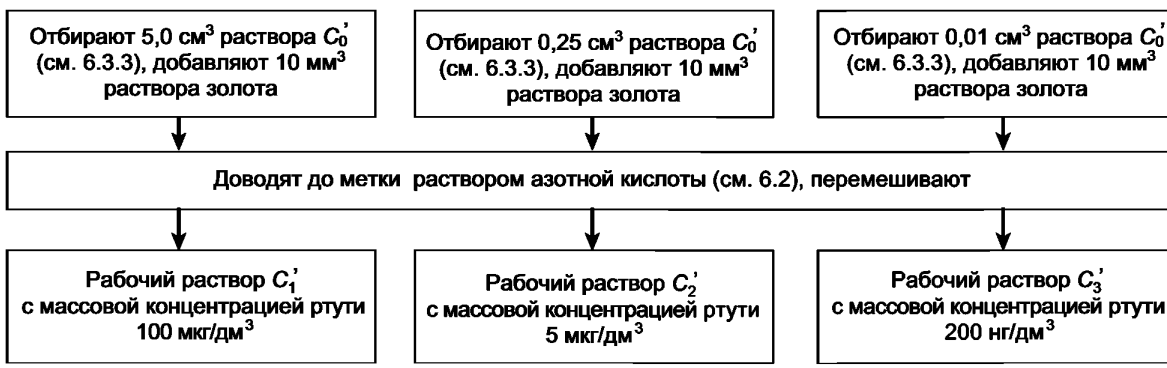


Рисунок 2 — Приготовление рабочих растворов C_1', C_2', C_3'

Рабочие растворы C_1', C_2', C_3' хранят в виалах при комнатной температуре в темном месте. Срок хранения раствора C_1' — не более 3 мес, C_2' — не более 1 мес, C_3' — используют в день приготовления.

6.3.5 Приготовление многоэлементных градуировочных растворов (растворы G_1—G_5)

6.3.5.1 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора G_1

Для приготовления многоэлементного градуировочного раствора G_1 с массовой концентрацией мышьяка, кадмия, свинца и ртути 20 нг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 5 см^3 раствора C_3 (см. 6.3.2) и 5 см^3 C'_3 (см. 6.3.4), добавляют 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, 9,0 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

6.3.5.2 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора G_2

Для приготовления многоэлементного градуировочного раствора G_2 с массовой концентрацией мышьяка, кадмия и свинца 200 нг/дм^3, ртути — 50 нг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 0,5 см^3 раствора C_2 (см. 6.3.2) и 0,5 см^3 раствора C'_2 (см. 6.3.4), добавляют 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, 9,9 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

6.3.5.3 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора G_3

Для приготовления многоэлементного градуировочного раствора G_3 с массовой концентрацией мышьяка, кадмия и свинца 1 мкг/дм^3, ртути — 200 нг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 2,5 см^3 раствора C_2 (см. 6.3.2) и 2,0 см^3 раствора C'_2 (см. 6.3.4), добавляют 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, 9,6 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

6.3.5.4 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора G_4

Для приготовления многоэлементного градуировочного раствора G_4 с массовой концентрацией мышьяка, кадмия и свинца 20 мкг/дм^3, ртути — 1 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 5,0 см^3 раствора C_1 (см. 6.3.2) и 0,5 см^3 раствора C'_1 (см. 6.3.4), добавляют 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, 9,9 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

6.3.5.5 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора G_5

Для приготовления многоэлементного градуировочного раствора G_5 с массовой концентрацией мышьяка, кадмия и свинца 200 мкг/дм^3, ртути — 5 мкг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 10,0 см^3 раствора C_0 (см. 6.3.1) и 2,5 см^3 раствора C'_1 (см. 6.3.4), добавляют 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, 9,5 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

Допускается добавление внутреннего стандарта введением по отдельному каналу параллельно с растворами градуировочных растворов и растворов проб. В этом случае в многоэлементные градуировочные растворы добавляют только рабочие многоэлементные растворы $C_{1–3}$/$C'_{1–3}$ доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

Растворы G_1—G_5 готовят и используют в день приготовления.

6.3.6 Приготовление фонового градуировочного раствора

Для приготовления фонового градуировочного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, 10 мм^3 раствора золота, доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 6.2) и перемешивают.

Фоновый градуировочный раствор используют в день приготовления.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб мяса, субпродуктов — по ГОСТ 7269.

7.1.2 Отбор проб мяса птицы, субпродуктов — по ГОСТ 31467.

7.1.3 Отбор проб рыбы, нерыбных объектов — по ГОСТ 31339.

7.1.4 Отбор проб молока и молочных продуктов по ГОСТ 26809.1, сыра — по ГОСТ 26809.2.

7.1.5 Отбор проб меда — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

7.1.6 Отбор проб кормов и кормовых добавок — по ГОСТ 13496.0.

Отобранные пробы по 7.1.1—7.1.3 при отсутствии возможности анализа в день отбора замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С до проведения анализа.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Подготовку проб молока и молочных продуктов проводят по ГОСТ 26809.1, сыра — по ГОСТ 26809.2. Мышечную ткань предварительно очищают от грубой соединительной ткани. Мясо и субпродукты измельчают на гомогенизаторе. Пробы кормов, кормовых добавок измельчают в лабораторной мельнице.

7.2.2 Взвешивают подготовленную анализируемую пробу в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Масса анализируемой пробы в зависимости от матрицы

Матрица	Молоко и жидкие молочные продукты с низким содержанием жира, молочная сыворотка, тан и прочие продукты с большим содержанием воды	Кефир, нежирные мясо, рыба, нерыбные объекты	Сыр, творог, сметана, мясо и рыба с большим содержанием жира	Сухие молочные и прочие (лиофилизованные) продукты, масло сливочное и продукты с высоким его содержанием, мед, корма и кормовые добавки
Масса пробы, г	От 0,500 до 1,000	От 0,400 до 0,500	От 0,200 до 0,300	От 0,150 до 0,200

Взвешенную пробу помещают в сосуд для разложения, добавляют 2,3 $см^3$ азотной кислоты. Сосуд закрывают и устанавливают в микроволновую печь.

7.2.3 Кислотную минерализацию проб в микроволновой печи осуществляют в соответствии с рекомендациями производителя оборудования или в соответствии с ГОСТ 31671 в следующем порядке:

- 1-я стадия: 5 мин нагрев до 115 °С, удержание 2 мин;
- 2-я стадия: 10 мин нагрев до 200 °С, удержание 10 мин;
- 3-я стадия: охлаждение до 50 °С.

Растворенную пробу переносят в мерную стеклянную колбу вместимостью 50 $см^3$. Стенки сосуда для разложения дважды смывают деионизированной водой и сливают в колбу. Добавляют 100 $мм^3$ раствора внутреннего стандарта и 10 $мм^3$ раствора золота, доводят до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

При необходимости растворы проб минеральных добавок и кормов фильтруют через мембранные шприцевые фильтры с размером пор 0,2 мкм. Подготовленные растворы переносят в пробирку для автосамплера и проводят измерение.

7.2.4 Приготовление раствора холостой пробы

Для контроля над контаминацией проводят всю процедуру минерализации (см. 7.2.2, 7.2.3) с холостой пробой, состоящей из такого же объема растворов азотной кислоты, внутреннего стандарта, золота и деионизированной воды.

8 Проведение ИСП-МС-измерений

8.1 Подготовка к выполнению измерений

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 ИСП-МС 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*:

- потоки аргона ($дм^3$/мин):
  - 1) плазмообразующий 12;
  - 2) вспомогательный 1,3;
  - 3) охлаждающий 0,14;
  - 4) транспортирующий 1,0;
- глубина положения горелки, мм 7,5;
- мощность генератора, кВт 1,20;
- температура распылительной камеры ..... 3 °С;
- распылитель ..... стеклянный, Бабингтона;
- настройки ионной оптики (В):
  - 1) первая экстракционная линза 0;
  - 2) вторая экстракционная линза ..... –130;
  - 3) третья экстракционная линза ..... –330;
  - 4) угловая линза ..... –267;

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

5) левая линза зеркала 40;
6) правая линза зеркала 32;
7) нижняя линза зеркала 29;
8) входная линза 0;
9) дополнительное смещение ..... –3,0;
10) входной анод ..... –30;
11) полюс смещения ..... –2.0;

- реакционно-столкновительный интерфейс:
  1) поток газа в скиммер конус, $см^3$/мин 70;
  2) поток газа в самплер конус, $см^3$/мин ..... нет.

8.2 Построение градуировочной характеристики

Построение и расчет градуировочной характеристики проводят в каждой серии измерений с помощью программного обеспечения масс-спектрометра.

8.2.1 Для проверки пригодности аналитической системы проводят измерение фонового градуировочного раствора (см. 6.3.6). Затем проводят измерение градуировочных растворов (см. 6.3.5) в порядке возрастания их концентраций. Каждый градуировочный раствор измеряют два раза.

Градуировочную характеристику устанавливают для каждого определяемого элемента, используя не менее пяти измерительных точек (фоновый градуировочный раствор и пять градуировочных растворов).

С помощью компьютерной системы обработки данных строят градуировочную зависимость интенсивности сигнала каждого определяемого элемента методом внешнего стандарта.

8.2.2 При построении градуировочной характеристики используют линейную регрессию вида $y = ax + b$, при этом коэффициент корреляции должен быть не менее 0,99. Построение линейного градуировочного графика и расчет концентрации токсичных элементов в анализируемых растворах проб выполняется системой обработки данных в автоматическом режиме.

8.3 Проведение измерений

8.3.1 Для измерения содержания мышьяка, кадмия, ртути и свинца с помощью ИСП-МС проводят анализ в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования. Для каждого аналита проводят два параллельных измерения.

8.3.2 Анализ выполняют в виде серии измерений, включающей следующие образцы:

- фоновый градуировочный раствор (см. 6.3.6);
- градуировочные растворы (см. 6.3.5);
- раствор холостой пробы (см. 7.2.4);
- растворы проб (см. 7.2).

Измерение растворов холостой пробы и анализируемых проб должно проводиться в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики, то есть должно представлять собой среднеарифметическое значение не менее чем двух повторных измерений одного раствора.

8.3.3 Периодически (после каждых 10 измерений растворов проб) проверяют стабильность градуировочной характеристики при помощи одного из градуировочных растворов (например, G_3, приготовленного по 6.3.5.3), используя критерии, рекомендованные изготовителем прибора и/или установленные в лаборатории.

8.3.4 При превышении концентрации элемента в растворе верхнего уровня градуировки проводят разбавление раствора пробы в 10 раз согласно таблице 2 и повторяют измерения только для этого элемента. При повторном превышении верхнего уровня градуировки исходный раствор разбавляют в 50 раз согласно таблице 2 и повторяют измерения только для этого элемента.

Таблица 2 — Порядок разбавления раствора проб

Наименование раствора	Разбавление в 10 раз		Разбавление в 50 раз	
Раствор образца	5,00	$см^3$	1,0	$см^3$
Раствор азотной кислоты (см. 6.2)	2,07	$см^3$	2,28	$см^3$
Раствор внутреннего стандарта	90	$мм^3$	98	$мм^3$
Раствор золота	9	$мм^3$	9,8	$мм^3$

После измерения растворов, содержащих ртуть, следует проверять полноту вымывания системы ввода образцов путем измерения фонового градуировочного раствора (см. 6.3.6).

9 Обработка результатов ИСП-МС-измерений

9.1 Программное обеспечение автоматически рассчитывает массовую долю токсичных элементов в растворах проб, используя градуировочную зависимость, построенную при анализе градуировочных растворов, и данные, внесенные в метод перед анализом (масса пробы, объем раствора пробы, степень разбавления раствора пробы).

9.2 Для учета дрейфа чувствительности масс-спектрометра и супрессии сигналов массовые концентрации элементов в градуировочных растворах и растворах проб корректируют соответственно сигналам внутренних стандартов (индий, висмут), используя формулу

$$C_s = C_i \cdot \frac{S_{blank}^{i,s}}{S_i^{i,s}}, \quad (1)$$

где C_i — измеренная массовая концентрация i-го токсичного элемента, мкг/дм^3;

$S_{blank}^{i,s}$ — сигнал от внутреннего стандарта в растворе холостой пробы, импульс/с (c/s);

$S_i^{i,s}$ — сигнал от внутреннего стандарта в растворе от соответствующего i-го токсичного элемента, импульс/с (c/s).

Для коррекции супрессии сигналов используют элементы внутреннего стандарта, указанные в таблице 3.

Таблица 3 — Соответствие элементов внутреннего стандарта определяемым элементам

Элемент	Внутренний стандарт
^{75}As, ^{111}Cd	^{115}In
^{202}Hg, ^{208}Pb	^{209}Bi

В программном обеспечении устанавливают допустимые пределы отклонения значений $\frac{S_{blank}^{i,s}}{S_i^{i,s}}$. Значения должны быть в пределах 0,75—1,25. В растворах проб, для которых это условие не выполняется, результаты считают неудовлетворительными и помечают в методе буквой «I». Устанавливают причины несоответствия и измерения проводят повторно.

9.3 Массовую долю токсичного элемента в пробе вычисляют по формуле

$$X_s = \frac{C_{si} \cdot V_s}{m_s \cdot 1000} \cdot d, \quad (2)$$

где X_s — массовая доля i-го элемента, млн$^{-1}$ (мг/кг);

C_{si} — измеренная массовая концентрация i-го элемента в растворе пробы, мкг/дм^3;

V_s — объем раствора пробы, см^3;

m_s — масса пробы, г;

d — степень разбавления раствора пробы.

9.4 За окончательный результат измерений массовой доли (содержания) определяемого токсичного элемента принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — массовые доли i-го токсичного элемента в двух параллельных измерениях пробы, млн$^{-1}$ (мг/кг);

r — значение предела повторяемости, % (см. таблицу 4).

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений массовой доли (содержания) мышьяка, кадмия, ртути, свинца с расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата $k = 2$ и доверительной вероятности $P = 0,95$, указанной в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели точности и прецизионности метода при измерении массовой доли мышьяка, кадмия, ртути, свинца

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли, млн$^{-1}$ (мг/кг)	Значение относительной расширенной неопределенности $\pm U_i$, %, при коэффициенте охвата $k = 2$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, % (при $P = 0,95$, $k = 2$)
Мышьяк	От 0,010 до 0,020 включ.	40	12	18	33
	Св. 0,020 до 0,050 включ.	30	9	14	25
	Св. 0,05 до 500,00 включ.	20	5	8	14
Кадмий	От 0,005 до 0,010 включ.	45	15	22	42
	Св. 0,010 до 0,100 включ.	30	8	14	22
	Св. 0,1 до 100,0 включ.	15	4	7	11
Ртуть	От 0,002 до 0,020 включ.*	55	18	27	50
	От 0,010 до 0,020 включ.	75	24	36	66
	Св. 0,020 до 0,200 включ.	44	13	20	36
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	24	7	11	19
	Св. 2 до 20 включ.	15	4	6	11
Свинец	От 0,010 до 0,020 включ.	68	20	30	55
	Св. 0,020 до 0,050 включ.	45	10	15	28
	Св. 0,050 до 500,00 включ.	25	5	10	14
* Метрологические характеристики в этом диапазоне измерений приведены для молока и жидких молочных продуктов.					

11 Оформление результатов измерений

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

$$\bar{X}_i \pm 0,01 \cdot U_i \cdot \bar{X}_i \text{ при } P = 0,95, \quad (4)$$

где $\bar{X}_i$ — среднеарифметическое значение вычислений двух параллельных измерений содержания i-го токсичного элемента в анализируемой пробе, мкг/кг (см. 9.4);

U_i — значение относительной расширенной неопределенности содержания i-го токсичного элемента для соответствующего диапазона измерений, % (см. таблицу 4).

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение расширенной неопределенности, содержащее не более двух значащих цифр.

12 Контроль качества измерений

Каждая серия измерений включает в себя несколько степеней подтверждения качества измерений.

12.1 Для контроля чистоты реагентов и исключения контаминации при подготовке растворов проб проводят измерение раствора холостой пробы (см. 7.2.4).

12.2 Для контроля дрейфа чувствительности (или подавления сигналов) в раствор пробы добавляют раствор внутреннего стандарта.

12.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) и воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (разделы 5 и 6).

12.4 Для проведения контроля точности используют образец с аттестованными значениями анализируемых элементов (ГСО, *CRM* и проч.).

Точность контрольных анализов признают удовлетворительной, если

$$\left|\bar{X} - X_{Att}\right| \le K, \tag{5}$$

где $\bar{X}$ — результат контрольных измерений пробы;

X_{Att} — аттестованный результат пробы;

K — норматив оперативного контроля точности.

Норматив оперативного контроля точности при проведении внутрилабораторного контроля (P = 0,90) рассчитывают по формуле

$$K = 0{,}84 \cdot \sqrt{\left(0{,}01 \cdot \bar{X} \cdot U_i\right)^2 + \left(0{,}01 \cdot X_{Att} \cdot U_{Att}\right)^2}, \tag{6}$$

где U_i — значение относительной расширенной неопределенности содержания i-го токсичного элемента, соответствующее массовой концентрации в пробе (см. таблицу 4);

U_{Att} — значение относительной расширенной неопределенности аттестованной пробы.

Контроль точности анализа проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов после длительного перерыва в работе. При превышении нормативов оперативного внутреннего контроля точности проводят повторные анализы. При повторном превышении указанных нормативов анализы приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

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

УДК 637.07:614.3:636.085:006.354

МКС 65.120
67.100
67.120
67.180

Ключевые слова: продукты пищевые, продовольственное сырье, корма, кормовые добавки, определение массовой доли, мышьяк, кадмий, ртуть, свинец, метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой, способ микроволнового разложения проб

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 26.11.2018. Подписано в печать 04.12.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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