ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56635— 2015

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Научно–исследовательский институт пчеловодства» (ФГБНУ «НИИ пчеловодства»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2015 г. № 1527-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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, 2016

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодного пара

Bee products.
Determination of mercury by atomic absorption spectrometry cold vapor

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пчеловодства и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли ртути в диапазонах измерений, указанных в таблице 3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие 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 9293—74 Аргон газообразный. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12871—93 Асбест хризотиловый — хризотил. Общие технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

ГОСТ 21179—2000 Воск пчелиный. Технические условия

ГОСТ 21204—97 Горелки газовые промышленные. Общие технические требования

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

ГОСТ 25629—2014 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 28886—90 Прополис. Технические условия

ГОСТ 28887—90 Пыльца цветочная (обножка). Технические условия

ГОСТ 28888—90 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 31671—2012 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

ГОСТ 31776—2012 Перга. Технические условия

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ Р 52097—2003 Продукты пчеловодства. Минерализация проб для определения токсичных элементов

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3698:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54644—2011 Мед натуральный. Технические условия

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 25629, ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4 Требования безопасности проведения работ

4.1 При работе в лаборатории необходимо соблюдать все правила техники безопасности и производственной санитарии: пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004, электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ Р 12.1.019, при работе с химическими реактивами — по ГОСТ 12.1.007, иметь средства пожаротушения — по ГОСТ 12.4.009.

4.2 Помещение, в котором проводится выполнение испытаний, должно соответствовать санитарным правилам проектирования оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1-го и 2-го классов опасности, органическими растворителями должно быть снабжено вентиляционной системой по ГОСТ 12.4.021. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....от 17 °С до 27 °С;
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °С.....не более 70 %;
- атмосферное давление .....97,1–101,1 кПа (730–760 мм рт.ст.).

6 Отбор проб

6.1 Отбор пробы меда натурального по ГОСТ Р 54644.

6.2 Отбор пробы пыльцы цветочной (обножки) по ГОСТ 28887.

6.3 Отбор проб перги по ГОСТ 31776.

6.4 Отбор пробы прополиса по ГОСТ 28886.

6.5 Отбор пробы молочка маточного пчелиного по ГОСТ 28888.

6.6 Отбор пробы воска по ГОСТ 21179.

7 Сущность метода

Метод заключается в измерении степени поглощения свободными атомами излучения в ультрафиолетовом диапазоне.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр, со спектральным диапазоном включающим длину волны 253,7 нм, укомплектованный гидридным атомизатором и сертифицированным программным обеспечением. В комплект прибора должен входить источник резонансного излучения ртути (лампа с полым катодом, безэлектродная разрядная лампа или другой равноценный источник).

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.

Государственные стандартные образцы (ГСО) ртути с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 или 0,1 мг/см^3 и относительной погрешностью аттестованного значения 1 %.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 600 °С при отклонениях от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 °С до 150 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 5 °С.

Компрессор воздушный производительностью не менее 150 л/мин или сжатый воздух в баллонах по ГОСТ 17433.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая по ГОСТ 21204.

Баня водяная с рабочим диапазоном температур от 5 °С до 100 °С.

Мешалка магнитная с диапазоном частоты вращения якоря 200–2000 об/мин.

Щипцы тигельные металлические с защитным покрытием и нарезками на рабочей части створок.

Чаши или тигли кварцевые вместимостью 50, 100, 250 см^3 по ГОСТ 19908 или чашки (тигли) фарфоровые № 2–4 по ГОСТ 9147.

Колбы Къельдаля 2–50–29, 2–100–29, 2–250–29 ТСХ по ГОСТ 25336 или колбы плоскодонные П–2–250–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

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

Колбы Кн–2–1000–29 ТСХ или Кн–2–1000–34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Колбы Кн–1–250–29/32 ТСХ или П–1–250–29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2–1–2–1 или 1–1–2–1, 2–1–2–2 или 1–1–2–2, 1–1–2–5 и 1–2–2–10 по ГОСТ 29169.

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

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Шарики стеклянные, используемые для обеспечения равномерности кипения по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 25336.

Асбест по ГОСТ 12871.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода 2 степени чистоты (бидистиллированная) по ГОСТ Р 52501.

Ацетилен растворенный по ГОСТ 5457.

Аргон газообразный по ГОСТ 9293.

Кислота серная по ГОСТ 14262, о. с. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, о. с. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, о. с. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Фильтры обеззоленные диаметром 7 или 9 см.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 10929.

Олово II хлорид дигидрат, ч.

Боргидрид натрия, ч.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Подготовка посуды

Новую или сильнозагрязненную лабораторную посуду (колбы, пипетки, чашки или тигли) после обычной мойки в растворе любого моющего средства, промывают водопроводной питьевой водой и ополаскивают дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду дополнительно обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1:1 по объему), затем ополаскивают дистиллированной водой, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты (1:1 по объему), затем ополаскивают 3-4 раза дистиллированной водой, затем 1—2 раза бидистиллированной водой и сушат. Обработку горячим раствором кислоты проводят следующим образом: посуду помещают в термостойкий химический стакан, заливают раствором кислоты, нагревают до кипения и отключают подогрев. Выдерживают до полного охлаждения и промывают, как указано выше. Вместо обработки по-

суды одним из растворов кислот допускается выдерживать чаши или тигли в растворе уксусной кислоты на кипящей водяной бане в течение 1 ч. После мытья посуду необходимо высушить в сушильном шкафу.

9.2 Приготовление градуировочных растворов

Растворы ртути, используемые для построения градуировочной зависимости (градуировочные растворы), готовят последовательным разбавлением государственных стандартных образцов (ГСО). Допускается применение растворов с установленной массовой концентрацией элементов на азотнокислой или солянокислой основе, с массовой долей кислоты не менее 1 %. Для проведения градуировки готовят не менее трех градуировочных растворов.

Стандартными являются градуировочные растворы с концентраций ионов ртути: 5,0; 10,0 и 20,0 мкг/см^3.

Срок хранения градуировочных растворов вышеуказанных концентрации при температуре 25 °С — не более одного месяца.

9.3 Приготовление восстанавливающего реактива

В качестве восстановителя ртути могут быть использованы двухлористое олово или боргидрид натрия. Использовать оба реагента попеременно не рекомендуется. При выборе реагента необходимо руководствоваться инструкцией по эксплуатации гидридного атомизатора.

9.3.1 Приготовление раствора олова концентрацией 100 г/см^3

В мерной колбе, вместимостью 500 см^3 концентрированной соляной кислотой объемом около 100 см^3 растворяют навеску хлорида олова (II) ($SnCl_2{}^x2H_2O$) массой 50 г, до метки доводят бидистиллированной водой. Раствор готовят в день использования.

9.3.2 Приготовление раствора боргидрида натрия, концентрацией 30г/дм^3

В мерной колбе на 100 см^3 небольшим количеством бидистиллированной воды растворяют навеску боргидрида натрия, массой 3 г и гидроксида натрия массой 1 г, раствор до метки доводят бидистиллированной водой.

9.4 Подготовка испытуемых растворов продуктов пчеловодства

Из объединенной пробы для испытания отбирают две пробы для проведения анализа в условиях повторяемости. Массу анализируемых проб продуктов пчеловодства, выбирают по таблице 1.

Таблица 1 — Рекомендуемая масса анализируемых проб продуктов пчеловодства при определении ртути

Продукты пчеловодства	Масса анализируемых проб продуктов пчеловодства, г
Мед	2,0
Пыльцевая обножка	2,0
Перга	2,0
Маточное молочко	2,0
Прополис	2,0
Воск	35,0

9.4.1 Подготовка проб

В связи с тем, что соединения ртути являются легколетучими, для минерализации продуктов пчеловодства предпочтительнее использовать микроволновую минерализацию в закрытых сосудах или метод минерализации при повышенном давлении. Допускается применение методов сухой и мокрой минерализации, а также кислотной экстракции и прямого растворения.

Сравнительно высокая эффективность микроволнового разложения обусловлена сочетанием возможности кислотного разложения с СВЧ воздействием при высоких температурах и давлении; осуществляется по инструкциям к эксплуатации применяемого оборудования.

Подготовка проб продуктов пчеловодства методом минерализации при повышенном давлении осуществляется по ГОСТ 31671—2012.

Сухую минерализацию продуктов пчеловодства осуществляют по ГОСТ Р 52097 (пункт 5).

Мокрую минерализацию продуктов пчеловодства осуществляют по ГОСТ 26929 (пункт 4).

Зольный остаток, полученный при сухом озолении или кислотной экстракции, растворяют смесью 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислот, фильтруют и количественно переносят в мерную колбу на 50 см^3

Кислотную экстракцию, применяют для воска и осуществляют по ГОСТ Р 52097 (пункт 6).

Для рационализации системы пробоподготовки, как и в случае других водорастворимых продуктов, для меда применяют прямое растворение. Для этого анализируемую пробу меда помещают в

плоскодонную колбу или стакан и растворяют в 30 см^3 смеси 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислоты, при перемешивании в течение не менее 30 мин на магнитной мешалке. Полученный раствор фильтруют в мерную колбу на 50 см^3 и доводят до метки смесь 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислоты.

9.5 Приготовление смеси 5% азотной кислоты и 5% соляной кислоты

Смесь 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислоты готовят, смешивая 1:1 по объему 10 % азотную кислоту и 10 % соляную кислоту.

9.6 Приготовление 10% раствора соляной кислоты

В мерную колбу на 500 см^3 необходимо отмерить 116 мл концентрированной соляной кислоты и долить до метки бидистиллированной водой.

9.7 Приготовление 10% раствора азотной кислоты

В мерную колбу на 500 см^3 необходимо отмерить 105 мл концентрированной соляной кислоты и долить до метки бидистиллированной водой.

9.8 Приготовление холостой пробы

Для контроля чистоты используемых реактивов готовят холостую пробу в соответствии с 9.4 без добавления продуктов пчеловодства.

10 Проведение измерений

Для определения массовой доли ртути в продуктах пчеловодства используют гидридный атомизатор. Раствор анализируемой пробы вводят в реакционный сосуд гидридного атомизатора, в котором ртуть восстанавливается двухвалентным оловом или боргидридом натрия, после чего потоком инертного газа переносится в измерительную кювету спектрофотометра.

Подготовку прибора к работе осуществляют по прилагаемым к прибору техническим инструкциям.

При определении массовой доли ртути используют наиболее чувствительную резонансную линию — 253,7 нм.

10.1 Параметры проведения измерений

Построение градуировочной зависимости и проведение измерений массовой доли ртути в продуктах пчеловодства проводят в одинаковых условиях, выбор которых осуществляют по методике измерений, прилагаемой к эксплуатируемому прибору.

Для правильной работы гидридного атомизатора необходимо проверить скорость движения реактивов. Все реагенты необходимо прокачивать в течение не менее 3—5 мин для стабилизации (уточнить в технической инструкции к прибору). Для обеспечения приемлемой воспроизводимости анализа необходимо проводить 2—5 повторностей считывания сигнала каждого раствора. Время задержки перед считыванием сигнала устанавливают опытным путем, распыляя один из градуировочных растворов, после чего промыть систему распыления бидистиллированной водой или нулевым раствором (смесь 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислот).

При построении градуировочной зависимости первоначально распыляют нулевой раствор, затем градуировочные растворы по возрастанию концентрации. После градуировочных растворов осуществляют промывание системы распыления бидистиллированной водой или смесью 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислот до возвращения сигнала близким к нулю. Затем измеряют абсорбцию небольшого числа (5—7) холостых и испытуемых растворов, промывая после каждого измерения системы распыления и горелки бидистиллированной водой или смесью 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислот.

10.2 Разбавление растворов

Если массовая доля ртути в испытуемом растворе при измерениях оказывается выше максимальной массовой концентрации градуировочного раствора, то проводится разбавление испытуемого раствора нулевым стандартом — смесь 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислоты.

Коэффициент разбавления выбирают таким образом, чтобы массовая доля определяемого элемента в испытуемом растворе находилась в середине диапазона массовых концентраций градуировочных растворов.

Коэффициент разбавления вычисляют по формуле

$$K = \frac{Y_2}{Y_1}, \quad (1)$$

где Y_1 — объем раствора смеси 5 % азотной кислоты и 5 % соляной кислоты, см^3;

Y_2 — объем разбавленного раствора, см^3.

11 Обработка и представление результатов измерений

11.1 Обработка результатов измерений

Массовую долю ртути в пробе C_e, млн$^{-1}$(мкг/г) вычисляют по формуле

$$C_e = \frac{CxVK}{n}, \quad (2)$$

где Cx — массовая концентрация элемента в анализируемом растворе мкг/см^3;

V — исходный объем анализируемого раствора, см^3;

K — коэффициент разбавления;

n — масса анализируемой пробы, г.

Окончательный результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

11.2 Повторяемость результатов

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости, рассчитанное по формуле

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн}\ 0{,}01\ X_{ср}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, млн$^{-1}$(мкг/г);

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости (см. таблицу 3), %.

11.3 Воспроизводимость результатов

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, должно соответствовать условию приемлемости по формуле

$$|X_1 - X_2| \le R_{отн}\ 0{,}01\ X_{ср}, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений, полученные в условиях воспроизводимости, млн$^{-1}$(мкг/г);

$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 3), %.

Таблица 3 — Диапазоны измерений, показатели точности и прецизионности атомно-абсорбционного метода определения ртути в продуктах пчеловодства при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений массовой доли ртути, млн$^{-1}$(мкг/г)	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %
От 0,01 до 5,00	8	18	12

11.4 Представление результатов измерений

Результат измерений массовой доли определяемых элементов в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta),\ млн^{-1}(мкг/г)\ при\ P = 0{,}95, \quad (5)$$

где Δ — абсолютная погрешность результатов измерений млн$^{-1}$(мкг/г), вычисляют по формуле:

$$\Delta = \delta\ X_{ср} \cdot 0{,}01, \quad (6)$$

где δ — относительная погрешность измерений по таблице 3, %.

11.5 Результаты испытаний оформляют протоколом в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

УДК 638.16:006.354 ОКС 65.140 С52

Ключевые слова: продукты пчеловодства, атомно-абсорбционный метод, гидридный атомизатор

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.И. Мосур*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 34 экз. Зак. 80.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru