ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56415— 2015

ПРОДУКТЫ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ НА МОЛОЧНОЙ ОСНОВЕ

Определение содержания селена

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным Государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности» (ФГБНУ «ВНИМИ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 036 «Продукция пищевая специализированная»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 506-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 — 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2015

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 СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ НА МОЛОЧНОЙ ОСНОВЕ

Определение содержания селена

Specialized milk-based products.
Determination of selenium content

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на специализированные продукты на молочной основе (далее — продукты) и устанавливает инверсионный вольтамперометрический метод определения селена.

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 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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14261—89 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

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

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

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

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 ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 55878—2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. 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 Сущность метода

Метод основан на электрохимическом концентрировании определяемого элемента на торце индикаторного электрода непосредственно из анализируемого раствора и последующим растворении концентрата с регистрацией вольтамперной кривой.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Анализатор вольтамперометрический с пределом чувствительности 0,2 мкг/дм^3, с набором электродов, включающий:

- индикаторный измерительный электрод;
- вспомогательный электрод;
- электрод сравнения;
- программное обеспечение для управления работой анализатора и обработки результатов.

Весы неавтоматического действия специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm$ 0,0005 г.

Термометр жидкостной (нертутный) диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня лабораторная водяная термостатируемая.

Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Дозаторы пипеточные с дискретностью установки доз от 0,01 см^3 до 1,00 см^3 с погрешностью дозирования объема не более $\pm$ 2,5 %.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-0,5; 1-2-5; 1-2-10 по ГОСТ 29169.

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

Пробирки П-2-25-14/23 с крышкой по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-10-2, 1-25-2, 1-50-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-25-14/23, Кн-1-100-24/29, Кн-1-250-29/32, Кн-1-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50, В-1-100, Н-1-50, Н-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36-50, В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные кварцевые по ГОСТ 19908.

Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Груши резиновые объемом 30 $см^3$.

Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов селена (IV) (ГСО) массовой концентрации ионов селена 1 $мг/см^3$ с относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 1 %.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, ос. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч.

Кислота фосфорная по ГОСТ 6552, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 55878.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная.

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

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 26809. Если анализ не может быть проведен сразу после отбора проб, их рекомендуется хранить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 48 ч.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка стеклянной химической посуды для приготовления и хранения растворов

6.1.1 Новую стеклянную химическую посуду первоначально промывают смесью концентрированной серной кислоты и перекиси водорода в соотношении примерно 10 : 1 (*V*/*V*), затем — раствором концентрированной азотной кислоты, разбавленной бидистиллированной водой в соотношении приблизительно 1 : 10 (*V*/*V*).

После обработки растворами кислот посуду промывают бидистиллированной водой.

6.1.2 При последующем использовании стеклянную посуду промывают раствором азотной кислоты, разбавленным бидистиллированной водой в соотношении приблизительно 1 : 10 (*V*/*V*), затем бидистиллированной водой.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 10 г марганцовокислого калия, результат взвешивания которого записывают с точностью до второго десятичного знака, добавляют 100 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией 1 $моль/дм^3$ и перемешивают.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.2.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией *c* (NaOH) = 1 $моль/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ вносят (40,000 ± 0,001) г гидроокиси натрия, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в бутыли из темного стекла при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.2.3 Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллированную воду дополнительно перегоняют с добавлением 2—3 $см^3$ щелочного раствора марганцовокислого калия (см. 6.2.1) до появления розового окрашивания.

6.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией *c* (HCl) = 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 добавляют небольшое количество бидистиллированной воды, приливают 40 см^3 концентрированной соляной кислоты. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.2.5 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрацией *c* (HCl) = 0,05 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 добавляют небольшое количество бидистиллированной воды, приливают 25 см^3 соляной кислоты молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (см. 6.2.4). Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.2.6 Приготовление раствора фосфорной кислоты молярной концентрацией *c* (H_3PO_4) = 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 добавляют небольшое количество бидистиллированной воды, приливают 27,6 см^3 фосфорной кислоты. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

6.2.7 Приготовление фонового раствора

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 добавляют небольшое количество бидистиллированной воды, приливают 12,5 см^3 фосфорной кислоты молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (см. 6.2.6). Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают. Полученный фоновый раствор имеет молярную концентрацию 0,025 моль/дм^3.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.2.8 Приготовление раствора азотной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят небольшое количество бидистиллированной воды, добавляют 200 см^3 концентрированной азотной кислоты. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

6.2.9 Приготовление градуировочных растворов селена (IV)

Градуировочные растворы готовят методом объемного разбавления государственного стандартного образца ГСО состава водного раствора ионов селена (IV) (см. раздел 4). Для приготовления растворов ампулу со стандартным образцом обмывают снаружи бидистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой. Аккуратно вскрывают ампулу и переливают содержимое в чистую сухую колбу. Отбирают из колбы сухой мерной пипеткой необходимый объем раствора (см. таблицу 1) и переносят в соответствующую мерную колбу. Добавляют 0,2 см^3 раствора азотной кислоты по 6.2.8, доводят объем раствора в мерной колбе до метки бидистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Таблица 1 — Приготовление градуировочных растворов

Массовая концентрация приготавливаемых растворов, мг/дм^3	Массовая концентрация используемого стандартного образца, мг/см^3	Отбираемый объем стандартного образца, см^3	Объем мерной колбы, используемой для приготовления растворов, см^3
10	1,0	0,50	50
1	1,0	0,05	50
0,1	1,0	0,01	100
0,01	1,0	0,001	100

Срок хранения градуировочных растворов селена (IV) массовой концентрацией 0,1 мг/дм^3 и более в колбе с притертой пробкой и в темном месте — не более 1 мес.

Срок хранения градуировочных растворов селена (IV) массовой концентрацией менее 0,1 мг/дм^3 в колбе с притертой пробкой и в темном месте — не более одной недели.

6.2.10 Приготовление раствора калия хлористого молярной концентрацией *c* (KCl) = 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят (7,450 ± 0,001) г хлористого калия с записью результата до второго десятичного знака и растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и аккуратно перемешивают.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 6 мес.

6.2.11 Приготовление насыщенного при 20 °С раствора калия хлористого

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают (128,0 ± 0,1) г хлористого калия, добавляют небольшое количество дистиллированной свежеперегнанной воды температурой (55 ± 5) °С и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят дистиллированной свежеперегнанной водой температурой (55 ± 5) °С до метки. Раствор тщательно перемешивают до полного растворения реактива, фильтруют через сухой складчатый фильтр и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Срок хранения раствора в колбе с притертой пробкой при температуре (20 ± 5) °С — не более 6 мес.

6.3 Подготовка пробы к анализу

Перед измерением пробу минерализуют с целью удаления мешающих определению органических и поверхностно-активных веществ, а также для переведения всех ионов селена, присутствующих в пробе, в электроактивную форму — селен (IV).

6.3.1 Пробу анализируют два раза в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 (пункт 3.14).

6.3.2 В кварцевые или фарфоровые чашки для выпаривания помещают 1—2 г продукта, взвешенного с точностью до 0,001 г. Добавляют 2 см^3 концентрированной серной кислоты и 2 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 30 %. Устанавливают чашки на водяную баню и проводят выпаривание до объема 2 см^3. Пробы охлаждают, добавляют по 2 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (см. 6.2.4) и устанавливают чашки на водяную баню, проводят выпаривание до объема 2 см^3. К охлажденным остаткам проб добавляют 2 см^3 бидистиллированной воды и проводят выпаривание на водяной бане до объема 1—2 см^3.

Содержимое чашек переливают в мерные цилиндры, доводят объем в цилиндрах до 10 см^3 фоновым раствором. Пробы готовы к измерениям на приборе.

6.3.3 Подготовка холостой пробы

Для приготовления холостой пробы проводят операции аналогично 6.3.2, добавляя вместо проб продукта бидистиллированную воду.

6.4 Подготовка к работе электродов

6.4.1 Подготовка индикаторного (измерительного) электрода

6.4.1.1 Перед началом работы и после каждого измерения торцевую часть индикаторного электрода промывают бидистиллированной водой, обезжиривают этиловым спиртом, снова промывают водой и протирают фильтровальной бумагой.

6.4.1.2 Перед началом работы, а также после более чем двухчасового перерыва в работе проводят электрохимическую подготовку электрода к работе:

- в стакан электрохимической ячейки наливают 10 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 по 6.2.5, устанавливают стаканчик в держатель, закрепляют электроды, погружают их в раствор;
- устанавливают следующие параметры измерений:

потенциал регенерации — 1100 мВ, длительность регенерации — 10 с;

потенциал предобработки — 1800 мВ, длительность предобработки — 120 с;

потенциал накопления — минус 500 мВ, длительность накопления — 10 с;

потенциал успокоения — 700 мВ, длительность успокоения — 10 с;

скорость развертки потенциала — 100 мВ/с;

количество циклов — 2;

- проводят два измерительных цикла, предназначенных для электрохимической обработки индикаторного электрода;
- после окончания процесса при отключенной электрохимической ячейке выливают раствор из стаканчика, промывают электроды бидистиллированной водой и приступают к измерению массовой концентрации селена в подготовленных пробах.

Индикаторный электрод хранят на воздухе.

6.4.2 Подготовка к работе электрода сравнения

Перед эксплуатацией электрод сравнения подготавливают следующим образом:

- сдвигают вниз кольцо;
- тщательно промывают полость электрода дистиллированной водой;
- через отверстие для заливки с помощью пипетки заполняют полость электрода насыщенным при 20 °С раствором хлористого калия (см. 6.2.11);
- выдерживают электрод в насыщенном растворе хлористого калия в течение 48 ч.

При дальнейшей эксплуатации электрода сравнения следят за тем, чтобы 2/3 полости электрода было заполнено насыщенным раствором хлористого калия. Между экспериментами электрод сравнения хранят погруженным в раствор хлористого калия с молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (по 6.2.10).

Электрод сравнения используют вместе с втулкой с мембраной, которую предварительно подготавливают к работе. Для этого внутрь втулки заливают 0,2 см^3 раствора хлористого калия с молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (см. 6.2.10). Затем втулку на 10—12 ч погружают в бидистиллированную воду таким образом, чтобы нижний конец втулки был опущен на глубину 15—20 мм. При этом с обеих сторон мембраны должны отсутствовать пузырьки воздуха. После вымачивания втулка с мембраной готова к работе.

Электрод сравнения используют помещенным во втулку с мембраной. Электрод сравнения с мембраной хранят погруженным в бидистиллированную воду, не допуская высыхания мембраны.

6.4.3 Подготовка вспомогательного электрода

Перед эксплуатацией рабочую часть электрода обезжиривают этиловым спиртом, тщательно промывают бидистиллированной водой, протирают фильтровальной бумагой.

При дальнейшей эксплуатации вспомогательного электрода не требуется его специальной подготовки.

Вспомогательный электрод хранят на воздухе.

6.4.4 При применении анализаторов с вибрирующим индикаторным электродом или иным электродом подготовку электрода к работе проводят в соответствии с руководством, прилагаемым к прибору.

6.5 Подготовка электрохимической ячейки к работе

Электрохимическую ячейку (стаканчик, электроды) промывают бидистиллированной водой, обрабатывают по 6.1.2.

6.6 Подготовка прибора к работе

6.6.1 Анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.6.2 Закрепление электродов, установку стаканчика электрохимической ячейки с анализируемым раствором, проверку всех электрических режимов проводят только при отключенной электрохимической ячейке.

После окончания измерений на вольтамперометрическом анализаторе отработанный раствор выливают из стаканчика электрохимической ячейки, стаканчик и электроды промывают бидистиллированной водой; подготовку электродов к следующему измерению и их хранение проводят в соответствии с 6.4.

6.6.3 Проверка фонового раствора и электрохимической ячейки на чистоту

Пипеткой вносят в ячейку (стаканчик) от 5 до 10 см^3 фонового раствора по 6.2.7. Устанавливают стаканчик в держатель, закрепляют электроды, погружают их в раствор.

Устанавливают следующие параметры измерений:

- потенциал регенерации — 1100 мВ, длительность регенерации — 10 с;
- потенциал предобработки — 1800 мВ, длительность предобработки — 30 с;
- потенциал накопления — минус 500 мВ, длительность накопления — 30 с;
- потенциал успокоения — 700 мВ, длительность успокоения — 10 с;
- скорость развертки потенциала — 100 мВ/с;
- количество циклов — 2.

Измеряют равновесный (бестоковый) потенциал между электродом сравнения и индикаторным электродом. Значение потенциала должно установиться в пределах 100—650 мВ. В случае если значение бестокового потенциала не устанавливается в требуемых пределах, то проверяют, заполнен ли электрод сравнения насыщенным раствором хлористого калия, подсоединение электрода сравнения.

После измерений равновесного потенциала приступают к измерениям фонового раствора.

Проводят два цикла измерений и регистрируют две вольтамперные кривые фонового раствора. Зарегистрированные вольтамперные кривые могут иметь пики в области потенциалов от 850 до 950 мВ,

вызванные наличием следов селена в используемых реагентах, воде, посуде; высота пиков должна быть не более 1 мкА.

Если данное условие выполняется, то электрохимическую ячейку, используемые растворы и посуду считают чистыми, индикаторный электрод — готовым к работе.

Если высота пиков селена на зарегистрированных вольтамперных кривых фона более 1 мкА, то промывают электрохимическую ячейку (стаканчик и электроды) раствором азотной кислоты по 6.2.8, повторно проводят электрохимическую обработку индикаторного электрода по 6.4.1, снова выполняют проверку на чистоту.

При повторном обнаружении пиков селена высотой более 1 мкА заново подготавливают фоновый раствор и проводят проверку на чистоту.

7 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . (55 ± 25) %;

атмосферное давление . . . . . (96 ± 10) кПа;

частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;

напряжение в сети . . . . . (220 ± 10) В.

8 Проведение измерений

8.1 В стаканчик электрохимической ячейки пипеткой вносят 5—10 см^3 фонового раствора по 6.2.7. Устанавливают стаканчик в держатель, закрепляют электроды и погружают их в фоновый раствор.

Устанавливают следующие параметры измерений:

- потенциал регенерации — 1100 мВ, длительность регенерации — 10 с;
- потенциал предобработки — 1800 мВ, длительность предобработки — 30 с;
- потенциал накопления — минус 500 мВ, длительность накопления — 15—120 с;
- потенциал успокоения — 700 мВ, длительность успокоения — 10 с;
- скорость развертки потенциала — 100 мВ/с;
- количество циклов — 2-3.

Проводят измерение равновесного (бестокового) потенциала между электродом сравнения и индикаторным электродом. Значение потенциала должно установиться в пределах 100—650 мВ.

Используя программное обеспечение, регистрируют вольтамперную кривую фонового раствора в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

8.2 Из стаканчика электрохимической ячейки выливают фоновый раствор и вносят 5 см^3 пробы, подготовленной по 6.3. Устанавливают стаканчик в держатель и погружают электроды в раствор пробы. Используя программное обеспечение, регистрируют вольтамперную кривую пробы в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

8.3 Область потенциалов, в которой должен находиться пик селена (IV): от 850 до 950 мВ. Используя программное обеспечение, идентифицируют пик селена (IV) и получают массовую концентрацию селена (IV) в растворе электрохимической ячейки.

8.4 Анализ холостой пробы проводят в соответствии с 8.1—8.3. При этом используют то же количество холостой пробы, подготовленной по 6.3.2, что и при анализе пробы продукта.

9 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию селена (IV) в продукте X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(X_{яч} - X_{хол}) \cdot V \cdot K}{m}, \quad (1)$$

где $X_{яч}$ — массовая концентрация селена (IV) в растворе электрохимической ячейки, мг/дм^3;

$X_{хол}$ — массовая концентрация селена (IV) в холостой пробе, мг/дм^3;

V — исходный объем анализируемого раствора, см^3 (см. 6.3.1);

K — коэффициент разбавления;

m — масса пробы продукта, г.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости, округленное до третьего десятичного знака.

10 Контроль точности результатов измерений

10.1 Метрологические характеристики метода

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения селена в функциональных продуктах на молочной основе при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации селена, мг/дм^3	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %
0,005—1,000	19	35	25

10.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерения селена в анализируемом продукте, полученных в условиях повторяемости [два параллельных определения ($n = 2$)], проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — значения результатов двух последовательных измерений массовой концентрации селена в продуктах, полученных в условиях повторяемости, мг/дм^3;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух последовательных измерений массовой концентрации селена в продукте, мг/дм^3;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 2, %.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

10.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерения селена в продуктах, полученных в условиях воспроизводимости [в двух лабораториях ($m = 2$)], проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R_{отн} \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \quad (3)$$

где X'_1, X'_2 — значения результатов двух измерений массовой концентрации селена в продуктах, полученных в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, мг/дм^3;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации селена в продуктах, выполненных в условиях воспроизводимости, мг/дм^3;

$R_{отн}$ — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 2, %.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

11 Оформление результатов

Результат определения массовой концентрации селена в продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \delta \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},\ мг/дм^3,\ при\ P = 0{,}95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений, мг/дм^3;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблица 2).

12 Требования безопасности

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с требованиями ГОСТ Р 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

13 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

УДК 637.12.04/07:543.62:006.354 ОКС 67.100.10

Ключевые слова: продукты специализированные на молочной основе, массовая концентрация селена, вольтамперометрический метод, электрохимическое концентрирование, индикаторный электрод, вольтамперная кривая

Редактор *Д.А. Мезинова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 13.07.2015. Подписано в печать 04.08.2015. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 56 экз. Зак. 2633.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru