
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34462—
2018

**ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ,
ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА**

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

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2018

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2018 г. № 111-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |
| Украина | UA | Минэкономразвития Украины |

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ, оформление, 2018



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА**Определение содержания неорганического мышьяка методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой**

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

Дата введения — 2019—10—01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 3770—75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72*4 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

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

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

ГОСТ 26312.1—84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

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

Часть 1. Общие требования

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

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

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

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

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

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

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

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не более 150 г и пределами допускаемой погрешности не более $\pm 0,001$ г;

- стандартный образец (СО) раствора ионов мышьяка массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 и относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 1 %;

- квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой*, позволяющий проводить измерения в диапазоне масс от 3 до 256 атомных единиц массы (а. е. м.), с чувствительностью в пределах (10^4 — 10^5) имп/с на легких массах (^7Li , ^9Be), до (10^5 — 10^6) имп/с — на средних и тяжелых массах (^{59}Co , ^{115}In , ^{238}U) при использовании растворов с концентрацией 1 мкг/дм^3 , сопряженный с высокоэффективной жидкостной хроматографической системой, состоящей из бинарного насоса со смесителем, системы фильтрации и дегазации подвижных фаз, термостата хроматографической колонки, компьютера с установленным программным обеспечением для управления масс-спектрометром, жидкостным хроматографом и обработки результатов измерений;

- колонку хроматографическую диаметром 4,1 мм, длиной 250 мм, с наполнителем полистеролдивинилбензол/триметиламмоний с размером частиц 10 мкм^{**} ;

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

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

- дозаторы одноканальные переменной вместимости 20—200, 200—5000 мм³ с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный погружной;
- мельницу лабораторную;
- систему получения деионизированной воды;
- центрифугу лабораторную со скоростью вращения не менее 4000 об/мин и адаптером для пробирок вместимостью 50 см³;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 200 °С и погрешностью поддержания заданной температуры ± 5 °С;
- камеру лабораторную морозильную с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- фильтры мембранные с размером пор не менее 0,45 мкм;
- шприцы полипропиленовые вместимостью 2, 5, 10 см³;
- виалы (флаконы) для автоматического устройства ввода проб, вместимостью 1 см³, с завинчивающимися крышками;
- емкости полипропиленовые с навинчиваемыми крышками вместимостью 1 дм³;
- пипетку 1—2—1—10 по ГОСТ 29227;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 и 50 см³ с завинчивающимися крышками;
- колбы 1—50(1000)—2 по ГОСТ 1770;
- колбу Кн-1—1000—29/32 по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1—100(250, 500, 1000)—1 по ГОСТ 1770.

4.2 Для определения содержания неорганического мышьяка применяют следующие реактивы:

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

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

5 Требования безопасности и условия выполнения измерений

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

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

5.3 Приготовление градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу.

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

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

5.6 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 16 °С до 27 °С;
- относительная влажность воздуха от 20 % до 80 %.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 200 см³ деионизированной воды, добавляют 6,6 см³ азотной кислоты, перемешивают и доводят объем до метки деионизированной водой.

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

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

В коническую колбу вместимостью 1000 см³ вносят 100 см³ пероксида водорода и 900 см³ раствора азотной кислоты (см. 6.1.1), перемешивают.

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

6.1.3 Приготовление подвижных фаз А и Б

6.1.3.1 Для приготовления подвижной фазы А в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 200 см³ деионизированной воды, добавляют 30 см³ метанола, перемешивают и доводят объем до метки деионизированной водой.

6.1.3.2 Для приготовления подвижной фазы Б в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 3,84 г углекислого аммония, растворяют в 100 см³ деионизированной воды, добавляют 30 см³ метанола и доводят объем до метки деионизированной водой.

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

6.2 Приготовление градуировочных растворов

6.2.1 Приготовление исходного раствора мышьяка (раствор С) массовой концентрации 1000 мкг/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 50 мм³ раствора СО мышьяка и доводят до метки на колбе смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

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

6.2.2 Приготовление градуировочных растворов (растворы G₁—G₅)

6.2.2.1 Приготовление градуировочного раствора G₁

Для приготовления градуировочного раствора G₁ с массовой концентрацией мышьяка 50 мкг/дм³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 2,5 см³ исходного раствора С (см. 6.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.2 Приготовление градуировочного раствора G₂

Для приготовления градуировочного раствора G₂ с массовой концентрацией мышьяка 30 мкг/дм³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 1,5 см³ исходного раствора С (см. 6.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.3 Приготовление градуировочного раствора G₃

Для приготовления градуировочного раствора G₃ с массовой концентрацией мышьяка 10 мкг/дм³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 0,5 см³ исходного раствора С (см. 6.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.4 Приготовление градуировочного раствора G₄

Для приготовления градуировочного раствора G₄ с массовой концентрацией мышьяка 2 мкг/дм³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 2,0 см³ градуировочного раствора G₁ (см. 6.2.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

6.2.2.5 Приготовление градуировочного раствора G₅

Для приготовления градуировочного раствора G₅ с массовой концентрацией мышьяка 0,2 мкг/дм³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 0,2 см³ градуировочного раствора G₁ (см. 6.2.2.1) и доводят до метки смесью раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2).

Срок хранения растворов G₁—G₅ в полипропиленовых пробирках вместимостью 50 см³ с завинчивающимися крышками при комнатной температуре — не более 1 мес.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

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

7.1.2 Отбор проб водорослей — по ГОСТ 31413.

7.1.3 Отбор проб риса — по ГОСТ 26312.1.

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

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

7.2 Подготовка проб

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

7.2.2 Подготовленную анализируемую пробу массой 0,2 г (рис, кормовая мука, сушеные водоросли, сухие корма и т. д.) или массой 0,5 г (рыба, нерыбные объекты, водоросли-сырец, мороженые водоросли, варено-мороженые водоросли, корма) взвешивают в полипропиленовой пробирке вместимостью 50 см³, вносят 10 см³ смеси раствора азотной кислоты и пероксида водорода (см. 6.1.2) и помещают в сушильный шкаф. Высушивают при температуре от 85 °С до 95 °С в течение 90 мин.

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

7.2.4 Полученный супернатант фильтруют с помощью шприца через мембранный фильтр в полипропиленовую пробирку вместимостью 15 см³ и используют для ВЭЖХ—ИСП-МС.

7.3 Приготовление холостой пробы

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

8 Проведение измерений

8.1 Подготовка к выполнению измерений

8.1.1 Параметры настройки масс-спектрометрической системы

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

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

- а) потоки аргона, дм³/мин:
 - плазмообразующий — 12,
 - вспомогательный — 1,3,
 - охлаждающий — 0,14,
 - транспортирующий — 1,0;
- б) глубина положения горелки — 7,5 мм;
- в) мощность генератора — 1,20 кВт;
- г) температура распылительной камеры — 3 °С;
- д) распылитель — стеклянный Бабингтона;
- е) настройки ионной оптики, В:
 - первая экстракционная линза — 0,
 - вторая экстракционная линза — минус 130,

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

- третья экстракционная линза — минус 330,
 - угловая линза — минус 267,
 - левая линза зеркала — 40,
 - правая линза зеркала — 32,
 - нижняя линза зеркала — 29,
 - входная линза — 0,
 - дополнительное смещение — минус 3,0,
 - входной анод — минус 30,
 - полюс смещения — минус 2,0;
- ж) реакционно-столкновительный интерфейс:
- поток аргона в скиммер конус — 70 см³/мин,
 - поток аргона в сэмплер конус — нет.

8.1.2 Параметры настройки хроматографической системы

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

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

- температура термостата колонки 25 °С;
- скорость потока подвижной фазы 1,0 см³/мин;
- объем вводимой пробы 25 мм³.

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

Таблица 1

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

8.2 Построение градуировочной характеристики

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

8.2.2 Для установления градуировочной характеристики в инжектор хроматографа вводят по 25 мм³ градуировочных растворов G₁—G₅, приготовленных по 6.2.2 в условиях, указанных в 8.1.2. Для каждого уровня концентрации проводят не менее двух измерений.

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

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

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

8.3 ВЭЖХ—ИСП-МС измерение

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

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

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

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

9 Обработка результатов измерений

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

Метод обработки хроматограммы — по внешнему стандарту.

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

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

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

где C — расчетная массовая концентрация неорганического мышьяка в экстракте пробы, мкг/дм³,

V — объем экстракта, см³;

m — масса анализируемой пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета, дм³.

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

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

10 Метрологические характеристики

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

Таблица 2 — Показатели точности метода при измерении содержания неорганического мышьяка

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

11 Оформление результатов измерений

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

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

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

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

12 Контроль стабильности результатов измерений

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

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

БЗ 10—2018/17

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

Сдано в набор 12.10.2018. Подписано в печать 24.10.2018. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru