

**СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ**

**Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка**

**СЫРАВИНА І ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ**

**Атамна-абсарбцыйны метад вызначэння мыш'яку**

**Издание официальное**

БЗ 12-2006



**Межгосударственный совет по  
стандартизации, метрологии и  
сертификации  
Минск**

---

**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ  
И СЕРТИФИКАЦИИ (EASC)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY  
AND CERTIFICATION (EASC)**

---



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ**

**ГОСТ  
31266-  
2004**

---

**СЫРАВИНА І ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ**  
**Атамна-абсарбцыйны метад вызначэння мыш'яку**

**СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ**  
**Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка**

**Издание официальное**

**Минск  
Госстандарт Республики Беларусь  
2007**

## Предисловие

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

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2-97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН научно-производственной фирмой ООО «КОРТЭК», Федеральным центром государственного санитарно-эпидемиологического надзора и Атлантическим научно-исследовательским институтом рыбного хозяйства и океанографии (АтлантНИРО), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

2 ВНЕСЕН Ростехрегулированием Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 25 от 26 мая 2004 г.)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Ростехрегулирование
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 декабря 2006 г. № 66 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 июня 2007 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Республики Беларусь без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

---

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

---

**СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ**  
**Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка**

Raw material and food-stuffs  
Atomic absorption method for determination of arsenic

---

Дата введения 2007-06-01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на сырье и пищевые продукты и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения мышьяка.

Метод основан на минерализации продукта смесью кислот и реагентов-окислителей одним из трех способов (сухое озоление, автоклавная минерализация или кислотная экстракция), проведении реакции гидрирования мышьяка в полученном растворе-минерализате с помощью боргидрида натрия, отгонки летучего гидрида мышьяка потоком аргона в разогретую кварцевую кювету-атомизатор и измерении доли мышьяка атомно-абсорбционным методом по величине атомного поглощения на резонансной длине волны 193,7 нм.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3652-69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212-76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6691-77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157-79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919-83\* Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20448-90 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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

---

\* На территории Республики Беларусь для приборов, ТЗ на которые утверждены после 01.01.2003 г., действует СТБ 1324-2002.

### 3 Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр с рабочей областью спектра, включающей длину волны 193,7 нм, укомплектованный атомизатором, состоящим из кварцевой кюветы и устройства ее разогрева, источником резонансного излучения мышьяка, корректором неселективного фонового поглощения.

Гидридный генератор, совместимый со спектрометром типа ГРГ (генератор ртутно-гидридный) или аналогичный, основанный на проведении реакции гидрирования и атомизации гидридов в разогретой кварцевой кювете.

Весы лабораторные общего назначения не ниже 2-го класса точности – по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Стандартный образец состава раствора ионов мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup> или 1,0 мг/см<sup>3</sup> с относительной погрешностью аттестованного значения массовой концентрации не более 2 %.

Компрессор воздушный, соответствующий требованиям руководства по эксплуатации для спектрометра, или сжатый воздух в баллонах.

Электроплитка бытовая с закрытой спиралью – по ГОСТ 14919.

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

Пипетки 1(2)-1-2-1, 1(2)-1-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10 – по ГОСТ 29169.

Стакан Н-1-25, Н-1-50, Н-1-100 – по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1-20, 1-25, 1-100 – по ГОСТ 1770.

Дозаторы пипеточные одноканальные объемом дозирования 5,0 см<sup>3</sup> и 10,0 см<sup>3</sup> и погрешностью дозирования не более 2 %.

Аргон газообразный – по ГОСТ 10157.

Ацетилен растворенный и газообразный технический в баллонах – по ГОСТ 5457.

Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Кислота азотная ос. ч. концентрированная – по ГОСТ 11125, раствор в дистиллированной воде (1:1) по объему и раствор в дистиллированной воде молярной концентрации с (HNO<sub>3</sub>) = 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота лимонная моногидрат и безводная – по ГОСТ 3652, х. ч., раствор с массовой долей 2 % в дистиллированной воде.

Карбамид – по ГОСТ 6691, раствор с массовой долей 20 % в дистиллированной воде.

Натрия боргидрид, х. ч.

Натрия гидроокись – по ГОСТ 4328, х. ч.

Пропан-бутан, смесь в баллонах – по ГОСТ 20448.

Фильтр обеззоленный (синяя лента).

Допускается применение других средств измерения, оборудования и реактивов по метрологическим, техническим характеристикам и качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

### 4 Подготовка к проведению измерения

#### 4.1 Отбор проб

Отбор и подготовку лабораторной пробы к испытанию проводят в соответствии с требованиями нормативного документа на конкретный вид продукта.

#### 4.2 Подготовка лабораторной посуды

4.2.1 Лабораторную посуду после мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой. Непосредственно перед использованием посуду обрабатывают водным раствором горячей азотной кислоты (1:1) по объему, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

4.2.2 Посуду, используемую для хранения растворов мышьяка с заданной концентрацией, необходимо перед использованием заполнить раствором, подлежащим хранению, выдержать 2 – 3 сут, слить раствор и ополоснуть дистиллированной водой.

#### 4.3 Минерализация пробы

Минерализацию пищевых продуктов и продовольственного сырья (за исключением продуктов с содержанием жиров более 60 %) проводят по ГОСТ 26929 способом сухой минерализации или в автоклавах азотной кислотой без добавления перекиси водорода.

Минерализацию жировых продуктов и сыров проводят способом кислотной экстракции водным раствором азотной кислоты по ГОСТ 26929.

Для проведения минерализации из объединенной лабораторной пробы для испытаний отбирают две параллельные навески испытуемого продукта в количестве, указанном в таблице 1.

Таблица 1

Наименование продукта	Масса навески для минерализации, г	
	Сухая минерализация или кислотная экстракция	Минерализация в автоклавах
Фрукты, овощи, картофель	5	2
Продукты переработки фруктов, овощей, картофеля	2	2
Мясо и мясо птицы	5	2
Печень, почки и др. субпродукты	2	2
Консервы мясные и мясо-растительные	2	2
Желатин	1	0,5
Яйцо, меланж	5	2
Яичный порошок	1	0,5
Растительные масла и продукты их переработки, животные жиры	5	–
Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные, водоросли и продукты их переработки	2	1
Зерно и продукты его переработки	2	1
Хлеб и хлебобулочные изделия	2	2
Кондитерские изделия	2	1
Молоко и молочные продукты:		
жидкие	10	3
сухие	1	0,5
творог, сыры	2	2
молочные консервы	3	2
сливочное масло	5	–
Вино и виноматериалы	3	3
Коньяк и коньячный спирт	3	3
Пиво	3	3
Минеральная вода	5	5
Безалкогольные напитки	5	5

Одновременно готовят два контрольных раствора-минерализата без навесок продуктов, проводя одни и те же стадии обработки с добавлением тех же количеств реактивов и с использованием одинаковой посуды.

#### 4.4 Приготовление испытуемого раствора

**4.4.1** Золу, полученную по способу сухого озоления, растворяют при нагревании в 15 см<sup>3</sup> азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>. Горячий раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смывая остатки минерализата на фильтр 20 см<sup>3</sup> горячего водного раствора азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора карбамида с массовой долей 20 %, 1 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты с массовой долей 2 %, доводят объем раствора в колбе до метки раствором азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

**4.4.2** Раствор, полученный по способу кислотной экстракции, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смывают остатки раствора порциями дистиллированной воды, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора карбамида с массовой долей 20 %, 1 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты с массовой долей 2 %, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

**4.4.3** Минерализат, полученный в автоклаве, количественно переносят в термостойкий химический стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ополаскивают автоклав 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, осторожно, не допуская бурного кипения, упаривают с открытой крышкой на электроплитке до объема 1 – 2 см<sup>3</sup>. Полученный раствор должен быть бесцветным или слегка желтоватым. В стакан добавляют 10 см<sup>3</sup>

дистиллированной воды, доводят раствор до кипения и кипятят 10 мин. После охлаждения раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ополаскивают стенки стакана порциями раствора азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора карбамида с массовой долей 20 %, 0,5 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты с массовой долей 2 %, доводят объем раствора в колбе до метки раствором азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

**4.4.4** Одновременно с испытуемыми растворами проводят подготовку контрольных растворов, выполняя все стадии подготовки в той же последовательности.

#### **4.5 Приготовление раствора боргидрида натрия**

Раствор боргидрида натрия, применяемый для проведения реакции гидрирования мышьяка, готовят согласно эксплуатационно-технической документации на используемый тип генератора гидридов. Раствор стабилизируют гидроокисью натрия, массовая доля которого в растворе составляет 1 %. После приготовления раствор боргидрида натрия сразу переливают в полиэтиленовую или фторопластовую посуду, выдерживают 1 ч под часовым стеклом, при наличии осадка или взвешенных частиц – фильтруют. Раствор готовят в день использования.

#### **4.6 Приготовление стандартных растворов**

##### **4.6.1 Приготовление фонового раствора**

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят 400 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты с массовой долей 2 % и 128 см<sup>3</sup> азотной кислоты ос. ч. концентрированной, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Фоновый раствор используют для разбавления стандартных и испытуемых растворов, а также в качестве нулевого стандарта.

##### **4.6.2 Приготовление основного стандартного раствора мышьяка массовой концентрации 5 мкг/см<sup>3</sup>**

Вскрывают ампулу стандартного образца состава раствора ионов мышьяка (0,1 мг/см<sup>3</sup>), выливают в сухой стакан, мерной пипеткой отбирают 5 см<sup>3</sup>, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора в колбе до метки фоновым раствором и перемешивают. Выдерживают 6 ч.

Раствор хранят не более 3 мес.

##### **4.6.3 Приготовление стандартных рабочих растворов мышьяка**

Стандартный рабочий раствор I (массовая концентрация мышьяка 0,5 мкг/см<sup>3</sup>) готовят путем разбавления основного стандартного раствора мышьяка в 10 раз фоновым раствором.

Стандартный рабочий раствор II (массовая концентрация мышьяка 0,1 мкг/см<sup>3</sup>) готовят путем разбавления основного стандартного раствора мышьяка в 50 раз фоновым раствором.

Растворы хранят не более 10 дней.

##### **4.6.4 Приготовление градуировочных растворов**

Концентрация мышьяка в градуировочных растворах должна находиться в пределах диапазона рабочих концентраций: от 0,001 до 0,020 мкг/см<sup>3</sup>.

Готовят пять градуировочных растворов массовой концентрации мышьяка: 0,001, 0,002, 0,005, 0,010 и 0,020 мкг/см<sup>3</sup>.

Градуировочные растворы с разной концентрацией мышьяка готовят путем разбавления стандартных рабочих растворов I и II фоновым раствором.

Растворы готовят в день использования.

## **5 Проведение измерений**

### **5.1 Подготовка прибора и выбор условий измерения**

Подключение генератора, включение, настройку и вывод на рабочие режимы генератора и спектрометра проводят по прилагаемым к приборам техническим инструкциям.

Условия измерения.

Режим работы спектрометра – атомно-абсорбционный с корректором неселективных помех и измерением интегральных значений абсорбции.

Длина волны – 193,7 нм.

Способ разогрева кварцевой кюветы – электротермический или с помощью пламени (окислительное пламя ацетилен/воздух или стехиометрическое – пропан/воздух).

Разогрев кюветы выполняют в две стадии – в течение 5 мин разогревают кювету при одновременном ее продуве воздухом, затем включают продув аргоново-воздушной смесью с объемной долей воздуха 5 – 10 % и продолжают разогрев еще 5 – 7 мин.

Расход испытуемого и градуировочных растворов на одно определение регламентируется технической документацией на используемый тип генератора гидридов и для всех типов генераторов не должен превышать 10 см<sup>3</sup>.

## 5.2 Построение градуировочного графика

**5.2.1** Проводят измерение аналитического сигнала (оптической плотности) для градуировочного раствора мышьяка массовой концентрации 0,020 мкг/см<sup>3</sup> не менее четырех раз. Первые 2 – 4 измерения служат для стабилизации работы генератора гидридов. Расхождение между результатами двух последних измерений не должно превышать 14 % от их среднеарифметического значения,  $A$ , определенного по формуле

$$A = \frac{A' + A''}{2}, \quad (1)$$

где  $A'$  и  $A''$  – результаты последних измерений.

Измерение градуировочных растворов мышьяка массовой концентрации 0,010; 0,005; 0,002; 0,001 мкг/см<sup>3</sup> проводят по два раза в порядке понижения концентрации, измерение нулевого градуировочного раствора проводят четыре раза. Находят среднеарифметические значения полученных результатов.

**5.2.2** Проводят контроль на чистоту реактивов, используемых для приготовления градуировочных растворов. Результаты контроля считают удовлетворительными, если среднее значение, полученное для нулевого градуировочного раствора  $A_0$ , не превышает половины от среднего значения  $A_n$ , полученного для градуировочного раствора мышьяка массовой концентрации 0,001 мкг/см<sup>3</sup>,

$$A_0 \leq 0,5A_n. \quad (2)$$

**5.2.3** Построение градуировочного графика выполняют по методу наименьших квадратов с помощью программного обеспечения спектрометра. График строят в координатах «интегральное значение абсорбции» – «массовая концентрация мышьяка» с использованием для аппроксимации данных параболической функции.

**5.2.4** Построение градуировочного графика выполняют не реже одного раза в месяц, а также после замены используемых реактивов, кварцевой кюветы или спектральной лампы на мышьяк.

## 5.3 Определение предела обнаружения

**5.3.1** После построения градуировочного графика проводят 10 – 20-кратное измерение массовой концентрации мышьяка в нулевом градуировочном растворе. На основе полученных данных рассчитывают среднеквадратическое отклонение для единичного измерения  $S_0$ , мкг/см<sup>3</sup>, по формуле

$$S_0 = \sqrt{\sum_{i=1}^n (c_i - c)^2 / (n - 1)}, \quad (3)$$

где  $c_i$  – результат  $i$ -го измерения;  
 $c$  – среднее значение из  $n$  измерений;  
 $n$  – число параллельных измерений.

**5.3.2** За предел обнаружения принимается утроенное стандартное отклонение –  $3S_0$ , значение которого не должно превышать заданного значения, равного 0,0003 мкг/см<sup>3</sup>.

## 5.4 Контроль стабильности градуировочного графика и его уточнение

### 5.4.1 Периодичность контроля

Контроль градуировочного графика выполняют перед началом измерений испытуемых и контрольных растворов, а также в процессе работы через каждые 20 измерений. Для проведения контроля используют градуировочный раствор мышьяка массовой концентрации 0,010 мкг/см<sup>3</sup> и фоновый раствор.



#### 5.4.2 Контроль и уточнение наклона градуировочного графика

Выбирают в меню программного обеспечения процедуру уточнения градуировочного графика и проводят два измерения градуировочного раствора мышьяка массовой концентрации  $0,010 \text{ мкг/см}^3$ . Если контрольная процедура выполняется в начале работы, то проводят еще 3 – 4 дополнительных измерения и оставляют два последних результата. По полученным данным вычисляют поправочный коэффициент  $k$ , равный отношению массовой концентрации мышьяка в градуировочном растворе  $c_r$  к массовой концентрации, рассчитанной по градуировочному графику  $c_n$

$$k = c_r/c_n. \quad (4)$$

Значение  $k$  должно находиться в пределах  $0,9 - 1,1$ .

#### 5.4.3 Контроль смещения градуировочного графика

Проводят 2 – 3 измерения фонового раствора для очистки генератора и два контрольных измерения этого же раствора. Находят среднеарифметическое значение результатов контрольных измерений. Абсолютная величина расхождения между результатами измерения массовой концентрации мышьяка в фоновом растворе, полученными при выполнении контрольной процедуры и при построении градуировочного графика, не должна превышать  $0,0003 \text{ мкг/см}^3$ .

#### 5.4.4 Результаты контроля

При отрицательных результатах контроля стабильности градуировочного графика проводят его повторное построение.

### 5.5 Проведение измерений испытуемых и контрольных растворов

**5.5.1** Измерения каждого контрольного раствора выполняют дважды. Результаты измерений массовой концентрации мышьяка в контрольных растворах не должны превышать  $0,001 \text{ мкг/см}^3$ , а абсолютная величина расхождения между параллельными значениями концентрации должна быть не более  $0,0003 \text{ мкг/см}^3$ .

**5.5.2** После того как получены данные по контрольным растворам, проводят измерения испытуемых растворов. С каждым раствором проводят два измерения, по результатам которых находят среднеарифметические значения массовой концентрации мышьяка.

Если результаты измерений массовой концентрации мышьяка в испытуемом растворе превышают  $0,020 \text{ мкг/см}^3$ , проводят его разбавление фоновым раствором. Коэффициент разбавления  $F$  определяют как отношение объема раствора после разбавления  $V_0$  к объему аликвоты  $V_1$ , взятой для разбавления

$$F = V_0/V_1. \quad (5)$$

## 6 Обработка результатов измерений

Массовую долю мышьяка в пробе  $m$ ,  $\text{млн}^{-1} (\text{мг/кг})$ , рассчитывают по формуле

$$m = \frac{(c_x F - c_k)V}{P}, \quad (6)$$

где  $c_x$  – массовая концентрация мышьяка в испытуемом растворе,  $\text{мкг/см}^3$ ;  
 $c_k$  – массовая концентрация мышьяка в контрольном растворе,  $\text{мкг/см}^3$ ;  
 $V$  – исходный объем испытуемого раствора,  $\text{см}^3$ ;  
 $P$  – навеска пробы, г;  
 $F$  – коэффициент разбавления испытуемого раствора.

Если разность  $(c_x - c_k)$  оказывается меньше нижней границы градуировочного графика, равной  $0,001 \text{ мкг/см}^3$ , то дается односторонняя оценка максимально возможной массовой доли мышьяка в продукте

$$m_{\text{max}} < \frac{0,001V}{P} \text{ млн}^{-1} (\text{мг/кг}). \quad (7)$$

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое  $m_x$  результатов, полученных для двух параллельных испытуемых растворов  $m_1$  и  $m_2$ , если расхождение между ними не превышает норматива оперативного контроля сходимости  $d$

$$\frac{|m_1 - m_2|}{m_x} \cdot 100 \leq d. \quad (8)$$

Значение норматива оперативного контроля сходимости  $d$  приведено в таблице 2. Окончательный результат измерения округляют до второго десятичного знака.

## 7 Характеристики погрешности метода

Значения характеристик погрешности и нормативов ее контроля в диапазоне измерений массовой доли мышьяка от 0,01 до 20 мг/кг приведены в таблице 2.

Таблица 2

Граница относительной погрешности метода $\delta$ , % ( $P = 0,95$ ; $N = 2$ )	Норматив оперативного контроля сходимости $d$ , % ( $P = 0,95$ ; $n = 2$ )	Норматив оперативного контроля воспроизводимости $D$ , % ( $P = 0,95$ ; $N = 2$ )
35	28	50

Границы абсолютной погрешности результатов измерения массовой доли мышьяка  $\Delta$ , мг/кг, при доверительной вероятности  $P = 0,95$  рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01m_x \cdot \delta, \quad (9)$$

где  $m_x$  – окончательный результат измерения массовой доли мышьяка в пробе, мг/кг;  
 $\delta$  – граница относительной погрешности, %.

## 8 Оформление результатов измерений

Результат измерения в протоколе и документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$m_x \pm \Delta \text{ при } P = 0,95, \quad (10)$$

где  $m_x$  – окончательный результат измерения массовой доли мышьяка в пробе, мг/кг;  
 $\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг, рассчитанная по формуле 9.

## 9 Контроль точности результатов измерений

### 9.1 Оперативный контроль сходимости

Оперативный контроль сходимости проводят для каждой анализируемой пробы пищевого продукта в соответствии с алгоритмом, приведенным в разделе 6.

### 9.2 Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются пробы пищевых продуктов. Масса отобранной для контроля пробы должна соответствовать удвоенной массе, необходимой для проведения анализа. Отобранную пробу делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с настоящим стандартом, получают два результата в разных лабораториях или в одной, причем в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, т.е. используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов, в работе участвуют разные операторы. Относительное расхождение между двумя полученными результатами измерений ( $m_{x1}$  и  $m_{x2}$ ) не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости

$$\frac{|m_{x1} - m_{x2}|}{m_{cp}} \cdot 100 \leq D, \quad (11)$$

где  $m_{cp}$  – среднеарифметическое полученных результатов измерений, мг/кг;  
 $D$  – значение норматива оперативного контроля воспроизводимости, приведенное в таблице 2.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива  $D$  выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

### 9.3 Оперативный контроль погрешности

#### 9.3.1 Оперативный контроль погрешности с использованием метода добавок

Контроль погрешности методом добавок проводят с использованием проб пищевых продуктов.

Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с настоящим стандартом, и получают окончательный результат измерения массовой доли мышьяка в пробе –  $m_x$ ; во вторую пробу вносят добавку мышьяка (с использованием стандартных растворов) и анализируют в точном соответствии с настоящим стандартом, получая окончательный результат измерения массовой доли мышьяка в пробе с добавкой –  $m_g$

$$|m_g - m_x - g| \leq K, \quad (12)$$

где  $K$  – норматив оперативного контроля погрешности, млн<sup>-1</sup> (мг/кг);

$g$  – массовая доля мышьяка, внесенного в пробу с добавкой, млн<sup>-1</sup> (мг/кг).

Значение норматива оперативного контроля погрешности при  $P = 0,95$  рассчитывают по формуле

$$K = 0,84 \sqrt{\Delta^2 + \Delta_g^2}, \quad (13)$$

где  $\Delta$  и  $\Delta_g$  – границы абсолютной погрешности измерения массовой доли мышьяка в пробе и пробе с добавкой, млн<sup>-1</sup> (мг/кг), рассчитанные по формуле 9.

#### 9.3.2 Оперативный контроль погрешности с использованием аттестованных стандартных образцов состава пищевых продуктов

Выполняют измерения массовой доли мышьяка в стандартном образце продукта в точном соответствии с настоящим стандартом. Решение об удовлетворительной погрешности результатов измерений принимают при выполнении условия

$$|m_x - m_{ст}| \leq K_{ст}, \quad (14)$$

где  $m_x$  – окончательный результат измерения массовой доли мышьяка в стандартном образце (пробе), млн<sup>-1</sup> (мг/кг);

$m_{ст}$  – аттестованное значение массовой доли мышьяка в стандартном образце, млн<sup>-1</sup> (мг/кг);

$K_{ст}$  – норматив оперативного контроля погрешности, млн<sup>-1</sup> (мг/кг).

Значение норматива  $K_{ст}$  при  $P = 0,95$  рассчитывают по формуле

$$K_{ст} = 0,84 \sqrt{\Delta^2 + \Delta_{ст}^2}, \quad (15)$$

где  $\Delta_{ст}$  – граница абсолютной погрешности аттестованного значения массовой доли мышьяка в стандартном образце, млн<sup>-1</sup> (мг/кг);

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности результата измерения массовой доли мышьяка, вычисленная по формуле 9.

---

УДК 664.002.6:543.632.472(083.74)(476)

МКС 67.040

Н09

**Ключевые слова:** пищевые продукты, продовольственное сырье, мышьяк, методы анализа, атомно-абсорбционный анализ

---

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

---

Сдано в набор 30.01.2007. Подписано в печать 28.02.2007    Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.  
Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,51    Уч.- изд. л. 0,64    Тираж                    экз.    Заказ

---

Издатель и полиграфическое исполнение  
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)  
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.  
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.