

ГОСТ Р 51766—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2011

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-производственной фирмой ООО «КОРТЭК», Федеральным центром государственного санитарно-эпидемиологического надзора и Атлантическим научно-исследовательским институтом рыбного хозяйства и океанографии (АтлантНИРО)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 27 июня 2001 г. № 249-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2011 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2001

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

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

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

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

Дата введения 2002—07—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 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6691—77 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—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

3 Аппаратура, материалы и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр типа «КВАНТ» [1] 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 фоновое поглощения.

Гидридный генератор, совместимый со спектрометром типа ГРГ (генератор ртутно-гидридный) [1] 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.

Государственный стандартный образец состава раствора ионов мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см³ (ГСО 3397) или 1,0 мг/см³ (ГСО 7237) [2] 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 [3] объемом дозирования 5,0 см³ и 10,0 см³ 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 $c(\text{HNO}_3) = 2$ моль/дм³.

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

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

Натрия боргидрид х.ч. [4].

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х.ч.

Пропан-бутан, смесь в баллонах по ГОСТ 20448.

Фильтр обеззоленный (синяя лента) [5].

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. Методика автоклавной пробоподготовки изложена в [5].

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