ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53101—2008

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

БЗ 2—2009/643

Москва
Стандартинформ
2009

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

**Сведения о стандарте**

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 декабря 2008 г. № 508-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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*

© Стандартинформ, 2009

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

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Сущность метода . . . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы . . . . . 2
5 Подготовка к проведению испытания . . . . . 2
6 Порядок проведения испытания . . . . . 4
7 Обработка результатов испытания . . . . . 5
8 Метрологические характеристики . . . . . 5
9 Контроль качества результатов измерений . . . . . 5
10 Требования к квалификации операторов . . . . . 5
Библиография . . . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Medical remedies for animals, feed and feed additives.
Detection of mass fraction of arsenic by atomic absorption spectrometric method

Дата введения — 2010—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки и устанавливает метод электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием способа микроволновой минерализации проб при определении массовой доли мышьяка в диапазоне измерений от 0,1 до 20,0 млн$^{-1}$ (мг/кг).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для животных. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

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

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11088—75 Реактивы. Магний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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.

Издание официальное

## 3 Сущность метода

3.1 Метод анализа основан на измерении поглощения резонансного излучения (193,7 нм) атомным паром мышьяка, образующегося в результате электротермической атомизации минерализата пробы в графитовой печи атомно-абсорбционного спектрометра. Минерализацию проб осуществляют в закрытых системах под давлением, в том числе с использованием микроволнового излучения.

3.2 Для уменьшения летучести солей мышьяка и снижения эффекта влияния высоких концентраций компонентов матрицы (фона) на результаты его количественного определения в качестве модификатора используют смесь растворов нитрата палладия с нитратом магния.

## 4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

4.1 Для определения массовой доли мышьяка используют следующие средства измерений и вспомогательное оборудование:

- атомно-абсорбционный спектрометр любой марки с электротермическим атомизатором, работающий в диапазоне длин волн 185—900 нм с относительным среднеквадратическим отклонением случайной составляющей погрешности результатов измерения, не превышающим 8 %, укомплектованный лампами полого катода или высокочастотными лампами на кадмий и свинец;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104, высокого или специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг;
- печь микроволновую лабораторную для экспрессной подготовки образцов с мощностью 1600 Вт и частотой магнетрона 220—240V/50 Гц;
- государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов мышьяка (III) массовой концентрации не менее 0,05 мг/см$^3$ и не более 1,0 мг/см$^3$ с относительной погрешностью аттестованного значения не более $\pm$ 1 % при доверительной вероятности $P$ = 0,95.

4.2 Для определения массовой доли мышьяка используют следующие лабораторную посуду и материалы:

- колбы 1—25(50, 100, 500) — 2 по ГОСТ 1770;
- воронки ВФ-1(2)—60—ПОР 500 ТХС по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1(2,3) — 500—1 по ГОСТ 1770;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- фильтры обеззоленные с синей лентой, диаметром от 7 до 10 см по [1].

4.3 Для определения массовой доли мышьяка в лекарственных средствах, кормах и кормовых добавках используют следующие реактивы:

- кислоту азотную ос. ч. по ГОСТ 11125;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157, в баллоне, снабженном редуктором;
- палладий нитрат ос. ч. [2];
- магний нитрат 6-водный по ГОСТ 11088;
- перекись водорода по ГОСТ 177;
- воду бидистиллированную по [3].

4.4 Все реактивы должны относиться к подгруппе чистоты 1 (ос. ч.) или 2 (х. ч.) по ГОСТ 13867.

4.5 Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

## 5 Подготовка к проведению испытания

### 5.1 Отбор проб

Отбор проб лекарственных средств для животных, кормов и кормовых добавок проводят в соответствии с ГОСТ Р 52684 и ГОСТ 13496.0.

### 5.2 Подготовка прибора к работе и условия выполнения измерений

Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

При этом должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 10 °С до 35 °С;
- атмосферное давление — от 630 до 800 мм рт. ст. (от 840 до 1067 ГПа);

- влажность воздуха при температуре 25 °С — от 30 % до 80 %;
- рабочая длина волны для определения мышьяка — 193,7 нм.

**5.3 Приготовление растворов**

**5.3.1 Приготовление раствора модификатора**

Раствор палладий-магниевого модификатора готовят путем смешивания равных объемов растворов нитрата палладия массовой концентрацией 3 г/дм$^3$ и нитрата магния массовой концентрацией 2 г/дм$^3$.

Срок хранения раствора не ограничен.

**5.3.2 Приготовление фонового раствора азотной кислоты**

Фоновый раствор азотной кислоты готовят смешиванием 3,6 см$^3$ концентрированной азотной кислоты с 500 см$^3$ бидистиллированной воды. Полученный раствор используют для разбавления проб и приготовления градуировочных растворов.

Срок хранения раствора в склянке темного стекла не ограничен.

**5.3.3 Приготовление промежуточного раствора мышьяка с массовой концентрацией 1 мкг/см$^3$**

Для приготовления промежуточного раствора мышьяка массовой концентрацией 1 мкг/см$^3$ вскрывают стеклянную ампулу государственного стандартного образца состава раствора ионов мышьяка массовой концентрацией 0,1 мг/см$^3$, отбирают пипеткой 0,5 см$^3$ стандартного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, доводят объем до метки раствором азотной кислоты, приготовленного по 5.3.2, и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора — 2 мес.

**5.3.4 Приготовление градуировочного раствора мышьяка массовой концентрацией 60 мкг/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ вносят 3 см$^3$ промежуточного раствора мышьяка массовой концентрацией 1 мкг/см$^3$ (см. 5.3.3), доводят до метки раствором азотной кислоты, приготовленной по 5.3.2, и тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленным.

**5.4 Градуировка спектрометра**

5.4.1 Градуировку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочного раствора, приготовленного по 5.3.4.

5.4.2 Градуировочные растворы массовой концентрацией мышьяка 20 и 40 мкг/дм$^3$ готовят с помощью автосемплера путем дозирования в печь разных объемов градуировочного раствора, приготовленного по 5.3.4.

В качестве «нулевого раствора» при проведении градуировки используется фоновый раствор, приготовленный по 5.3.2.

Раствор палладий-магниевого модификатора, приготовленного по 5.3.1, вводят в градуировочные растворы автосемплером непосредственно перед введением этих растворов в атомизатор.

Атомное поглощение каждого градуировочного раствора регистрируют три раза и вычисляют среднеарифметическое измеренных значений.

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов параллельных измерений градуировочного раствора не должно превышать 10 %. Строят градуировочный график.

Затем устанавливают градуировочную характеристику, представляющую собой зависимость среднеарифметического значения атомного поглощения от массовой концентрации мышьяка в растворе, мкг/дм$^3$.

**5.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

5.5.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы.

В качестве образца для контроля стабильности градуировочной характеристики используют раствор мышьяка, приготовленного аналогично 5.3.4. Массовую концентрацию мышьяка в образце для контроля стабильности градуировочной характеристики выбирают, исходя из предполагаемой массовой концентрации мышьяка в анализируемых пробах.

Атомное поглощение образца для контроля стабильности градуировочной характеристики регистрируют не менее двух раз, вычисляют среднеарифметическое и при помощи градуировочной зависимости рассчитывают массовую концентрацию мышьяка.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется условие

$$\frac{|C_П - C_0|}{C_0} \le 0{,}1, \qquad (1)$$

где $C_П$ — измеренное значение массовой концентрации мышьяка в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм$^3$;

$C_0$ — действительное значение массовой концентрации мышьяка в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм$^3$.

Если условие (1) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. Результаты повторного контроля считают окончательными, градуировку спектрометра по 5.5 проводят заново.

## 6 Порядок проведения испытания

### 6.1 Минерализация пробы способом микроволнового разложения

6.1.1 Для минерализации проб, имеющих в основе неорганическую матрицу (полиминеральные добавки, лекарственные средства с неорганической матрицей), процедуру проводят в одну стадию с использованием концентрированной азотной кислоты. При минерализации проб с органической матрицей [белково-витаминно-минеральные концентраты (БВМК), комбикорма, корма для непродуктивных животных, лекарственные средства с органической матрицей] процесс проводят с постепенным увеличением давления и второй стадией минерализации с добавлением перекиси водорода.

Для минерализации пробы в закрытой системе используют микроволновую лабораторную печь.

6.1.2 Устанавливают программу проведения минерализации в соответствии с рекомендациями изготовителя микроволновой печи. Например, при использовании микроволновой печи MDS-2000 фирмы CEM (США) параметры программы, подобранные по типам кормов, кормовых добавок и лекарственных средств, выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

| Тип анализируемого образца | Навеска, г | Параметры разложения | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1 стадия (8 см$^3$ $HNO_3$) | | | 2 стадия (2 см$^3$ $H_2O_2$) | | |
| | | этап | давление, МПа | время, мин | этап | давление, МПа | время, мин |
| Полиминеральные добавки, цеолиты, л/с с неорганической матрицей | 0,8 | 1 | 0,8 | 15 | — | — | — |
| БВМК, ЗЦМ*, комбикорма, корма для непродуктивных животных, л/с с органической матрицей | 0,5 | 1<br>2<br>3 | 0,55<br>0,75<br>1,00 | 5<br>5<br>10 | 1 | 0,35 | 10 |
| * Заменитель цельного молока. | | | | | | | |

6.1.3 Кислотную минерализацию в микроволновой печи осуществляют в следующем порядке:

- навеску массой 0,5 или 0,8 г (в зависимости от типа пробы) помещают в стакан-автоклав;
- добавляют 10 см$^3$ концентрированной азотной кислоты и герметизируют сосуд, при необходимости поместив в него датчик контроля давления и/или температуры;
- параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (контрольный раствор);
- помещают карусель с автоклавами в печь и проводят разложение по выбранной программе;
- по окончании разложения сосуды охлаждают и вскрывают в соответствии с руководством (инструкцией) изготовителя микроволновой лабораторной печи.

Для образцов с органической матрицей проводят вторую стадию минерализации. Для этого к охлажденной пробе добавляют 2 см$^3$ перекиси водорода, снова закрывают сосуд, помещают в микроволновую печь и вновь подвергают минерализации по выбранной программе.

Полученный раствор отфильтровывают через бумажный фильтр, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 см$^3$, доводят объем до метки фоновым раствором азотной кислоты, приготовленной по 5.3.2, и тщательно перемешивают.

**6.2 Определение атомного поглощения мышьяка**

6.2.1 Атомное поглощение мышьяка в минерализатах проб и растворе контрольной пробы на реактивы (см. 6.1.3) измеряют три раза. Среднеарифметическое измеренных значений вычисляют в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики по 5.4. Используя градуировочную характеристику (см. 5.4.1), вычисляют массовую концентрацию мышьяка. При анализе проб неизвестного состава при нахождении массовой концентрации мышьяка в минерализате рекомендуется использовать метод добавок.

## 7 Обработка результатов испытания

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

$$C = \frac{(C_1 - C_к)\,p\,V_к}{1000B}, \qquad (2)$$

где $C_1$ — массовая концентрация определяемого элемента в растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/дм$^3$;

$C_к$ — массовая концентрация определяемого элемента в контрольном растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/дм$^3$;

$p$ — коэффициент разбавления пробы;

$V_к$ — объем раствора пробы после минерализации по 6.1.3, дм$^3$;

1000 — коэффициент пересчета мкг в мг;

$B$ — масса навески, кг.

За результат измерений принимают среднеарифметическое двух параллельных измерений.

7.2 Числовое значение результата испытания должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

## 8 Метрологические характеристики

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

| Диапазон измерений, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Предел повторяемости $r$, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Предел воспроизводимости $R$, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, млн$^{-1}$ (мг/кг) |
|---|---|---|---|
| От 0,05 до 20,0 включ. | 0,30$C$* | 0,36$C$* | 0,25$C$* |
| * $C$ — результат измерений массовой доли мышьяка в пробе по формуле (2). | | | |

## 9 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (см. раздел 6).

## 10 Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой атомно-абсорбционного анализа, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами и освоивший настоящую методику выполнения измерений.

## Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[2] ТУ 6-09-395—75 Палладий (II) нитрат раствор
[3] ТУ 6-09-2502—77 Вода особо чистая 27-5

УДК 619:615.355:636.087.8:006.354 ОКС 11.220 65.120 Р31 С14

Ключевые слова: средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки, определение массовой доли мышьяка, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, способ микроволнового разложения проб

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 24.08.2009. Подписано в печать 03.09.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 123 экз. Зак. 557.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6