МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 31650— 2012**

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

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—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 № 50 от 20 июля 2012 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 |
|---|---|---|
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 октября 2012 г. № 473-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31650—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53352—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений – в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»*

© Стандартинформ, 2012

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

## 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 . . . . . 5
7 Обработка результатов испытания . . . . . 6
8 Метрологические характеристики . . . . . 7
9 Контроль качества результатов измерений . . . . . 7
10 Требования к квалификации оператора . . . . . 7

**Поправка к ГОСТ 31650—2012 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Раздел 2 | ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования | — |
| Пункт 4.1 второе перечисление | по ГОСТ 24104, высокого или специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг; | высокого или специального класса точности, с действительной ценой деления шкалы не более 0,1 мг; |

(ИУС № 12 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Medical remedies for animals, feed and feed additives.
Detection of mass fraction of mercury by atom absorbtion spectrometric method

**Дата введения — 2014—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки и устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии (метод «холодного пара») с использованием способа микроволновой минерализации проб при определении массовых долей ртути в диапазоне измерений от 0,025 до 0,600 млн$^{-1}$ (мг/кг).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

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 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. 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 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. 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. Обозначения 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 по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим 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

Метод основан на том, что двухвалентная ртуть, полученная в результате кислотной минерализации образца в закрытой системе для минерализации проб микроволновой печи, восстанавливается раствором химического восстановителя, хлорида олова (II), до металлической ртути в реакционной ячейке приставки к спектрометру. Пары ртути отгоняются в кварцевую ячейку, стоящую в оптическом пути атомно-абсорбционного спектрометра. Измерение атомного поглощения ртути проводят методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии по аналитической линии ртути 253,7 нм (метод «холодного пара»).

## 4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

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

- атомно-абсорбционный спектрометр любой марки, работающий в диапазоне длин волн 185—900 нм с относительным среднеквадратическим отклонением случайной составляющей погрешности результатов измерения, не превышающим 8 %, укомплектованный спектральной лампой, которая излучает спектр ртути, и снабженный приставкой для получения «холодного пара», атомизатор — кварцевую ячейку и программное обеспечение, управляющее работой приставки для получения «холодного пара». Указанное программное обеспечение может быть составной частью программного обеспечения к спектрометру;
- 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 ватт и частотой магнетрона 220—240 V/50 Гц;
- баню водяную лабораторную;
- национальные стандартные образцы состава водного раствора ионов ртути с погрешностью аттестованного значения не более 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$. Массовые концентрации в стандартном образце раствора ионов ртути должны быть не менее 0,05 мг/см$^3$ и не более 1,0 мг/см$^3$.

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

- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- колбы 1—50 (100, 500)-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1(2, 3) —100 (250)-1 по ГОСТ 1770;
- воронки ВФ-1(2)-60-ПОР 500 ТХС по ГОСТ 25336;
- стакан Н-2-100 ТХС по ГОСТ 25336;
- фильтры обеззоленные с синей лентой, диаметром от 7 до 10 см.

4.3 Для определения массовой доли ртути используют следующие реактивы:

- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную х. ч. по ГОСТ 3118;
- перекись водорода по ГОСТ 177;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- олово двухлористое 2-водное;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157 в баллоне, снабженном редуктором.

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

5.1.1 Отбор проб кормов и кормовых добавок проводят в соответствии с ГОСТ 13496.0.

**5.1.2 Отбор проб лекарственных средств для животных**

5.1.2.1 Оборудование и материалы

Пробоотборник автоматический.

Щуп мешочный или щуп амбарный конусный или аналогичных типов, позволяющий отобрать пробу массой не более 100 г.

Трубка стеклянная диаметром 15—20 мм с поршнем для выдавливания пасты.

Пипетка градуированная по ГОСТ 29227 со всасывающим устройством (грушей).

Ковш металлический вместимостью 0,2—0,6 дм$^3$.

Поднос деревянный или металлический.

Шпатель.

Планки деревянные со скошенным нижним ребром.

Банки стеклянные с притертыми пробками вместимостью 0,5—1,0 дм$^3$.

Банки для химических реактивов с винтовой горловиной, прокладкой и крышкой или притертой пробкой.

Пакеты из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354.

Банки полиэтиленовые.

Делитель ДЗК-1.

5.1.2.2 Отбор проб

Для отбора проб лекарственных средств для животных применяют пробоотборники, выбранные таким образом, чтобы они соответствовали физическому состоянию продукта и виду упаковки, были изготовлены из нейтрального материала для продукта данного вида.

Пробы отбирают с соблюдением санитарных норм и правил техники безопасности по ГОСТ 12.1.007, используя при необходимости перчатки, фартуки, очки, респираторы и другие средства по ГОСТ 12.4.011.

Отбор выборок готовых лекарственных средств для животных (штучной продукции)

Из отобранных на последней ступени упаковочных единиц отбирают выборку для исследования на соответствие требованиям документа, в соответствии с которым изготовлено лекарственное средство для животных, по показателям качества в количестве, необходимом для проведения четырех полных анализов, и столько же — для создания архивных образцов.

Отбор проб лекарственных средств для животных в крупной расфасовке, предназначенной для последующей расфасовки или изготовления лекарственных форм

Проба лекарственных средств для животных из крупной фасовки, предназначенной для последующей расфасовки или изготовления лекарственных форм, должна представлять собой объединенные мгновенные пробы.

Отбор мгновенных проб

Мгновенные пробы отбирают из верхнего, среднего и нижнего слоев каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, равное число раз (2—3 пробы), чтобы обеспечить массу объединенной пробы в соответствии с требованиями документа, в соответствии с которым изготовлено лекарственное средство.

Мгновенные пробы пастообразных продуктов отбирают стеклянной или металлической трубкой диаметром 15—20 мм с поршнем для выдавливания пасты. Трубку погружают на дно емкости с пастой вертикально. Поршень при этом должен быть опущен.

Отбор мгновенных проб жидких продуктов проводят с помощью толстостенной стеклянной трубки или градуированной пипетки со всасывающим устройством (грушей). Перед взятием продукта жидкость тщательно перемешивают.

Если перемешивание жидкости затруднено, мгновенные пробы жидких продуктов отбирают без перемешивания из разных слоев.

Мгновенные пробы порошкообразных продуктов отбирают автоматическим пробоотборником или щупом, погружая его по вертикальной оси на всю глубину упаковочной единицы.

При отборе проб твердых продуктов (гранулированных) массой мгновенной пробы не более 0,5 кг допускается в качестве пробоотборника использовать совок.

Составление объединенной пробы

Для составления объединенной пробы мгновенные пробы помещают в чистую сухую банку (для жидких и пастообразных форм) или на поднос (для сыпучих форм) и тщательно перемешивают при помощи стеклянной палочки (жидкие продукты) или шпателя.

Выделение средней пробы

Для порошкообразных и гранулированных форм лекарственных средств для животных из объединенной пробы выделяют среднюю пробу с помощью делителя ДЗК-1 или вручную путем квартования.

Для выделения средней пробы объединенную пробу тщательно перемешивают, распределяют ровным слоем по поверхности подноса в виде квадрата и при помощи планки со скошенным нижним ребром делят по диагонали на четыре треугольника.

Из двух противоположных треугольников препарат удаляют, а из двух оставшихся собирают вместе. Деление проводят до получения массы средней пробы, установленной в документе, в соответствии с которым изготовлено лекарственное средство для животных.

Среднюю пробу делят пополам и помещают в две сухие чистые банки с притертыми пробками или полиэтиленовые пакеты. Можно использовать также полиэтиленовые банки с винтовой горловиной и завинчивающимися крышками.

Обе банки или оба пакета с лекарственным средством для животных направляют в отдел организации-производителя, осуществляющий контроль готовой продукции.

Одну банку или пакет используют для проведения испытаний, горловину другой парафинируют, а пакет запаивают. Масса каждой из проб должна в четыре раза превышать массу продукта, необходимого для проведения одного полного анализа.

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

5.2.1 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 при определении ртути — 253,7 нм.

5.2.2 Приставку для получения «холодного пара» подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации приставки и/или прибора.

**5.3 Приготовление вспомогательных растворов**

**5.3.1 Приготовление 20 %-ного раствора соляной кислоты**

Для приготовления 20 %-ного раствора соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают мерным цилиндром 248 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора не ограничен.

**5.3.2 Приготовление раствора для канала кислоты**

В качестве вспомогательного раствора для канала кислоты используют дистиллированную воду.

**5.3.3 Приготовление 25 %-ного раствора хлорида олова для канала восстановителя**

В стакан вместимостью 100 $см^3$ вносят 30,0 г двухлористого 2-водного олова, добавляют 60 $см^3$ раствора соляной кислоты по 5.3.1 и растворяют при нагревании на водяной бане при температуре 60 °С — 80 °С. Раствор должен быть прозрачным. При наличии опалесценции раствор осветляют фильтрованием через фильтр. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором соляной кислоты по 5.3.1.

Раствор готовят в день проведения испытания.

**5.3.4 Приготовление фонового раствора азотной кислоты**

Фоновый раствор азотной кислоты готовят смешиванием 500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты с 500 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в темной бутыли при комнатной температуре не ограничен.

**5.4 Приготовление градуировочных растворов**

**5.4.1 Приготовление промежуточного раствора ртути А**

Для приготовления промежуточного раствора А с концентрацией ртути 1,0 мкг/$см^3$ вскрывают стеклянную ампулу стандартного образца состава раствора ионов ртути с концентрацией 0,1 мг/$см^3$, отбирают пипеткой 0,5 $см^3$ стандартного образца, помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.4 и перемешивают.

Срок хранения раствора — 2 мес.

**5.4.2 Приготовление промежуточного раствора ртути Б**

Для приготовления промежуточного раствора ртути Б с концентрацией ртути 0,1 мкг/$см^3$ помещают 5 $см^3$ промежуточного раствора А в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки фоновым

раствором азотной кислоты по 5.3.4. Полученный раствор должен содержать ртуть в концентрации 0,1 мкг/см³.

Срок хранения раствора — 7 дней.

**5.4.3 Приготовление градуировочных растворов ртути с концентрацией 1,0; 5,0; 10,0; 20 мкг/дм³**

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают пипеткой 0,5; 2,5; 5,0; 10 см³ раствора Б, доводят до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.4 и тщательно перемешивают.

Растворы готовят непосредственно перед проведением испытания.

**5.5 Градуировка прибора**

Градуировку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочных растворов, приготовленных по 5.4.3.

В качестве «нулевого раствора» при проведении градуировки используют фоновый раствор азотной кислоты по 5.3.4.

Приготовленные градуировочные растворы прокачивают через приставку. Регистрируют атомное поглощение каждого раствора три раза и вычисляют среднеарифметическое измеренных значений. Относительное среднеквадратическое отклонение результатов параллельных измерений градуировочного раствора не должно превышать 10 %. Строят градуировочный график.

Устанавливают градуировочную характеристику, представляющую собой зависимость среднеарифметического значения атомного поглощения от массовой концентрации ртути в растворе, мкг/дм³.

**5.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

5.6.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы.

В качестве образца для контроля стабильности градуировочной характеристики используют раствор ртути, приготовленный аналогично 5.4.3. Массовую концентрацию ртути в образце для контроля стабильности градуировочной характеристики выбирают, исходя из предполагаемого содержания ртути в анализируемых пробах.

Регистрируют не менее двух раз атомное поглощение раствора образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, вычисляют среднеарифметическое и при помощи градуировочной зависимости рассчитывают массовую концентрацию ртути.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется следующее условие:

$$\frac{|C_{\text{п}} - C_0|}{C_0} \le 0{,}1, \qquad (1)$$

где $C_{\text{п}}$ — измеренное значение массовой концентрации ртути в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм³;

$C_0$ — действительное значение массовой концентрации ртути в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм³.

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

## 6 Порядок проведения испытания

**6.1 Микроволновая минерализация проб**

6.1.1 Для минерализации проб, имеющих в основе неорганическую матрицу (полиминеральные добавки, лекарственные средства), 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] процесс проводят с постепенным увеличением давления и второй стадией минерализации с добавлением перекиси водорода.

Для минерализации пробы в закрытой системе используют микроволновую 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 и кормовых добавок, выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

| Тип анализируемого образца | Навеска, г | Параметры разложения | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1-я стадия (с $HNO_3$) | | | 2-я стадия (с $H_2O_2$) | | |
| | | этап | давление, МПа | время, мин | этап | давление, МПа | время, мин |
| Полиминеральные добавки, премиксы, л/с с неорганической матрицей | 0,8 | 1<br>2<br>3 | 0,35<br>0,70<br>1,00 | 5<br>10<br>10 | — | — | — |
| БВМК, комбикорма, корма для непродуктивных животных, л/с с органической матрицей | 0,5 | 1<br>2<br>3<br>4<br>5 | 0,35<br>0,55<br>0,70<br>0,90<br>1,00 | 5<br>5<br>8<br>10<br>10 | 1 | 0,35 | 10 |

6.1.3 Кислотную минерализацию в микроволновой печи осуществляют в следующем порядке:

- навеску 0,5 или 0,8 г (в зависимости от типа пробы) после гомогенизации 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 в зависимости от выбранной программы для данного типа образца;
- 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 50 см$^3$, доводят объем до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.4 и тщательно перемешивают.

**6.2 Измерение атомного поглощения ртути**

Измеряют атомное поглощение ртути в минерализатах проб и растворе контрольной пробы на реактивы (см. 6.1.3) три раза. Вычисляют среднеарифметическое измеренных значений в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики по 5.5. Используя градуировочную характеристику 5.5, вычисляют массовую концентрацию элемента.

## 7 Обработка результатов испытания

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

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

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

$C_к$ — массовая концентрация ртути в контрольном растворе 5.4, 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 анализа 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 0,025 до 0,600 вкл. | 0,25 $C$* | 0,29 $C$* | 0,20 $C$* |
| *$C$ — результат измерений массовой доли ртути 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 ИСО 5725-6 (раздел 6).

## 10 Требования к квалификации оператора

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

УДК 619:615.355:636.087.8 МКС 11.220
65.120

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

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 29.10.2012. Подписано в печать 23.11.2012. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 110 экз. Зак. 1057.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

**Поправка к ГОСТ 31650—2012 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Раздел 2 | ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования | — |
| Пункт 4.1 второе перечисление | по ГОСТ 24104, высокого или специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг; | высокого или специального класса точности, с действительной ценой деления шкалы не более 0,1 мг; |

(ИУС № 12 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru