ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55447— 2013

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») и Обществом с ограниченной ответственностью «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ» (ООО «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 004 «Комбикорма, белково-витаминно-минеральные концентраты, премиксы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. № 197-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2020 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Feedstuffs, compound feeds, feed raw materials.
Determination of cadmium, lead, arsenic, mercury, chromium, tin by atomic absorption spectroscopy

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, комбикорма и комбикормовое сырье и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией в следующих диапазонах измерений:

- кадмий (Cd) от 0,01 до 1,00 включ., мг/кг;
- свинец (Pb) от 0,05 до 10,00 включ., мг/кг;
- мышьяк (As) от 0,05 до 10,00 включ., мг/кг;
- ртуть (Hg) от 0,0025 до 1,0000 включ., мг/кг;
- хром (Cr) от 0,2 до 10,0 включ., мг/кг;
- олово (Sn) от 5 до 1000 включ., мг/кг.

Настоящий стандарт не распространяется на жиры кормовые.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Термины и определения

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17681 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24596.1 Фосфаты кормовые. Методы отбора и подготовки проб для анализа

ГОСТ 25336 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 27668 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

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

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

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

ГОСТ Р 53150—2008[1)] Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 57221 Дрожжи кормовые. Методы испытаний

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ ISO 24333 Зерно и продукты его переработки. Отбор проб

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в минерализации анализируемых проб, предварительном построении градуировочной характеристики, измерении массовых концентраций растворов полученных минерализатов с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией и в последующем вычислении массовой доли кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова с использованием установленной градуировочной характеристики.

[1)] Отменен. В Российской Федерации действует ГОСТ 31671—2012 (EN 13805:2002) «Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении».

4 Требования безопасности

4.1 При выполнении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые установки.

4.2 Работу с химическими реактивами проводят в вытяжном шкафу.

4.3 Помещение должно быть оснащено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.4 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

4.5 Требования безопасности при выполнении измерений массовой доли ртути и утилизации растворов, содержащих ртуть, должны соответствовать санитарным правилам [1].

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

5.1 Средства измерений и стандартные образцы

Спектрометр атомно-абсорбционный с электротермической атомизацией, работающий в диапазоне длин волн от 190 до 400 нм с коррекцией неселективного поглощения, укомплектованный спектральными лампами для определения кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова и снабженный специализированным программным обеспечением.

Весы с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г по ГОСТ Р 53228.

Колбы мерные 2(2а)—25(25, 50, 100, 200, 250, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2, 3)—1(2)—2—1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой 1(2)—2—5(10) по ГОСТ 29169.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100 мм^3, 1000—5000 мм^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава раствора определяемых ионов с погрешностью аттестованного значения не более ± 1 %:

- кадмия, например ГСО 7472—98, массовой концентрации 1 мг/см^3;
- свинца, например ГСО 7252—96, массовой концентрации 1 мг/см^3;
- мышьяка, например ГСО 7344—96, массовой концентрации 0,1 мг/см^3;
- хрома, например ГСО 8035—94, массовой концентрации 1 мг/см^3;
- олова, например ГСО 7238—96, массовой концентрации 1 мг/см^3;
- ртути, например ГСО 7263—96, массовой концентрации 1 мг/см^3.

Примечание — Допускается использование других средств измерений с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Установка для получения деионизованной воды, или бидистиллятор, или прибор для перегонки дистиллированной воды (кварцевый или стеклянный).

Стаканы В-1—50(100, 250, 500, 1000) ТС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2—100(250, 500, 1000) ТС по ГОСТ 25336.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Чашки кварцевые вместимостью 50, 100, 250 см^3 по ГОСТ 19908.

Тигли фарфоровые № 2—4 по ГОСТ 9147.

Колбы Кьельдаля 1(2)—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Прибор (система) для минерализации под давлением, обеспечивающий поддержание давления 8 атм.

Печь муфельная или электропечь сопротивления, обеспечивающая поддержание температуры от 150 °С до 600 °С с погрешностью ± 25 °С.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157, высший сорт или ос. ч.

Приставка ртутно-гидридная, состоящая из реакционного сосуда (барботера), натекателя аргона и устройства для ввода растворов в реакционный сосуд.

Емкости стеклянные вместимостью 1000 $см^3$.

Емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта вместимостью 25, 50, 250, 1000 $см^3$ с плотно завинчивающимися крышками.

Колбы круглодонные КГУ-2—1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник водяной обратный ХШ-1—400—29/32 по ГОСТ 25336.

5.3 Реактивы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная или деионизованная.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Водорода перекись, раствор массовой долей 30 %, ос. ч.

Раствор нитрата палладия массовой концентрации 10 $г/дм^3$.

Раствор нитрата магния массовой концентрации 10 $г/дм^3$.

Раствор аммония фосфорнокислого однозамещенного (далее — дигидрофосфат аммония) массовой концентрации 100 $г/дм^3$.

Калий двухромовокислый (далее — бихромат калия) по ГОСТ 4220, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 14262, ос. ч.

Хлорид олова (II) 2-х водный с массовой долей не менее 99,1 %, ч. д. а.

Кислота гексахлорплатиновая с массовой долей платины не менее 37,5 %, ч.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ISO 6497, ГОСТ ISO 24333, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 24596.1, ГОСТ 27668, ГОСТ 57221.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Подготовка проб для испытания

Подготовка проб для испытания — по ГОСТ ISO 6498 со следующим дополнением. Из подготовленной лабораторной пробы выделяют пробу для испытаний массой не менее 100 г. Измельчают ее в лабораторной мельнице до прохода через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм и отбирают от 0,1 до 2,0 г анализируемой пробы в зависимости от выбранного способа минерализации проб.

При подготовке проб при определении содержания хрома следует использовать оборудование, исключающее загрязнение пробы хромом, такое как титановые или керамические ножи, агатовую ступку или шаровую мельницу.

Консервированные и влажные корма гомогенизируют, для чего лабораторную пробу пропускают через мясорубку с диаметром отверстий в пластинке 4,0 мм, тщательно перемешивают, выделяют пробу для испытаний массой не менее 100 г и отбирают от 0,1 до 2,0 г анализируемой пробы в зависимости от выбранного способа минерализации проб.

7.2 Подготовка лабораторной посуды

При проведении испытаний необходимо тщательно соблюдать чистоту лабораторной посуды.

Лабораторную посуду моют горячей водопроводной водой, затем горячим раствором азотной кислоты в соотношении 1:1 по объему. Далее промывают посуду водопроводной водой (не менее 5 раз) и ополаскивают бидистиллированной водой (2—3 раза).

Не допускается использование для подготовки посуды смесей, содержащих соединения хрома.

7.3 Приготовление растворов для испытаний

7.3.1 Все растворы, указанные в 7.3, готовят с использованием бидистиллированной (деионизованной) воды.

Проверку качества воды проводят в соответствии с 7.5.1.3.

7.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты объемной долей 0,3 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 300—400 см^3 воды, осторожно, при перемешивании приливают 3 см^3 концентрированной азотной кислоты, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Проверку качества раствора азотной кислоты проводят в соответствии с 7.5.1.3. При появлении загрязнений определяемыми элементами раствор готовят заново.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой при комнатной температуре. Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты объемной долей 25 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 750 см^3 воды (см. 7.1), осторожно, при перемешивании приливают 250 см^3 концентрированной соляной кислоты и перемешивают.

Проверку качества раствора соляной кислоты проводят в соответствии с 7.5.1.3. При появлении загрязнений определяемыми элементами раствор готовят заново.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой при комнатной температуре. Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.4 Приготовление раствора нитрато-палладиевого модификатора массовой концентрации 0,5 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,25 см^3 раствора нитрата палладия массовой концентрации 10 г/дм^3 и доводят объем водой до метки.

Срок хранения раствора в емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой в темном месте при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.3.5 Приготовление раствора смешанного фосфатно-магниевого модификатора

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,25 см^3 раствора дигидрофосфата аммония массовой концентрации 100 г/дм^3 и 1,25 см^3 раствора нитрата магния массовой концентрации 10 г/дм^3, доводят объем водой до метки.

Срок хранения раствора в емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой в темном месте при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.3.6 Приготовление раствора смешанного палладиево-магниевого модификатора

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,25 см^3 раствора нитрата палладия массовой концентрации 10 г/дм^3 и 1,25 см^3 раствора нитрата магния массовой концентрации 10 г/дм^3, доводят объем водой до метки.

Срок хранения раствора в емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой в темном месте при комнатной температуре — не более 6 мес.

7.3.7 Приготовление раствора азотной кислоты в соотношении 1:1 по объему

В емкость вместимостью 250 см^3 помещают 100 см^3 воды и при перемешивании приливают 100 см^3 концентрированной азотной кислоты.

Раствор хранят в емкости из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой при комнатной температуре. Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.8 Приготовление рабочих растворов определяемых элементов массовой концентрации 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 ГСО состава раствора соответствующего иона, доводят объем до метки раствором азотной кислоты объемной долей 0,3 % по 7.3.2 и перемешивают.

При приготовлении рабочего раствора олова используют раствор соляной кислоты объемной долей 25 % по 7.3.3.

Срок хранения растворов в емкостях из полиэтилена, полипропилена или фторопласта с плотно завинчивающейся крышкой при комнатной температуре — не более 3 мес.

Примечание — При наличии стандартных образцов состава раствора элементов массовой концентрации 0,1 мг/см^3 данный раствор не готовят.

7.3.9 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы хрома, кадмия, свинца, мышьяка и олова готовят в соответствии с приложением А. Рекомендуемые значения массовой концентрации градуировочных растворов приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Рекомендуемые значения массовой концентрации градуировочных растворов

Элемент	Массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3
Cd	1
Cr	5
As, Pb	10
Sn	20

7.3.10 Приготовление растворов для определения ртути

7.3.10.1 Приготовление раствора бихромата калия массовой доли 4 %

Взвешивают бихромата калия массой (4,0 ± 0,1) г и растворяют в 96 см^3 воды.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла с притертой пробкой при комнатной температуре — не более 3 мес.

7.3.10.2 Приготовление раствора разбавления

В термостойкую мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 500—600 см^3 воды и осторожно приливают, тщательно перемешивая, 50 см^3 концентрированной азотной кислоты. Затем добавляют 5 см^3 раствора бихромата калия массовой долей 4 % по 7.3.10.1 и доводят объем бидистиллированной (деионизованной) водой до метки.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла с притертой пробкой при комнатной температуре — не более 3 мес.

Проверка чистоты раствора разбавления — по 7.5.2.2.

7.3.10.3 Приготовление раствора серной кислоты объемной долей 30 %

В термостойкую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 140 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды и осторожно, при перемешивании и внешнем охлаждении, добавляют 60 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью ρ = 1,83 г/см^3. Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.10.4 Приготовление восстановительного раствора хлорида олова (II) массовой концентрации 100 г/дм^3

В термостойкую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 100 см^3 раствора серной кислоты объемной долей 30 % по 7.3.10.3 и вносят (20,0 ± 0,1) г хлорида олова. Нагревают на электрической плитке до растворения хлорида олова и доводят объем бидистиллированной (деионизованной) водой до 200 см^3 метки.

Срок хранения раствора в холодильнике при температуре 4 °С — 6 °С — не более 2 нед.

7.3.10.5 Приготовление раствора гексахлорплатиновой кислоты

Взвешивают гексахлорплатиновой кислоты массой (1,00 ± 0,01) г и растворяют в 100 см^3 воды.

Срок хранения раствора в стеклянной емкости с притертой пробкой в темном месте при комнатной температуре — не более 12 мес.

7.3.10.6 Приготовление растворов ртути

7.3.10.6а) Приготовление рабочего раствора ртути массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают примерно 30 см^3 раствора разбавления по 7.3.10.2, затем вносят 2,0 см^3 ГСО состава раствора ионов ртути массовой концентрации 1 г/дм^3, объем доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в холодильнике в стеклянной колбе с притертой крышкой при температуре 4 °С — 6 °С — не более 6 мес.

7.3.10.6б) Приготовление промежуточного раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора ртути массовой концентрации 10 мг/дм^3, приготовленного по 7.3.10.6а), объем доводят до метки раствором разбавления по 7.3.10.2 и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в холодильнике в стеклянной колбе с притертой крышкой при температуре 4 °С — 6 °С — не более 3 мес.

7.3.10.6в) Приготовление градуировочных растворов ртути

Градуировочные растворы ртути готовят путем разбавления промежуточного раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 раствором разбавления по 7.3.10.2.

Срок хранения раствора в холодильнике в стеклянной колбе с притертой крышкой при температуре 4 °С — 6 °С — не более 10 сут.

Пример приготовления градуировочных растворов ртути в мерных колбах вместимостью 100 см^3 приведен в таблице 2.

Таблица 2 — Приготовление градуировочных растворов ртути

Обозначение раствора	Массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3	Объем промежуточного раствора, вносимый в мерную колбу, см^3
Градуировочный раствор № 1	2,0	2,0
Градуировочный раствор № 2	1,0	1,0
Градуировочный раствор № 3	0,5	0,5

7.4 Подготовка спектрометра к работе

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды ..... от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха, не более..... 80 %;
- атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа;
- напряжение питающей сети ..... (220 ± 20) В;
- частота переменного тока ..... (50 ± 1) Гц.

Подготовку спектрометра к проведению испытаний осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.5 Градуировка спектрометра

7.5.1 Градуировка спектрометра при определении кадмия, свинца, мышьяка, хрома и олова

7.5.1.1 Установка параметров атомизации

Устанавливают параметры проведения атомизации элементов (температуры стадий сушки, пиролиза, атомизации и отжига, а также длительности этих стадий и расхода аргона на каждой из них) в соответствии с рекомендациями изготовителя спектрометра в зависимости от применяемых модификаторов (см. 7.5.1.4). Рабочие длины волн и рекомендуемые температурные условия проведения атомизации приведены в приложении Б.

7.5.1.2 Проведение отжига кюветы

Перед началом измерений градуировочных растворов и/или подготовленных проб проводят отжиг пустой графитовой кюветы для удаления из нее примесей определяемого элемента. С этой целью проводят последовательные атомизации в условиях, установленных по 7.5.1.1, добиваясь при этом уровня выходного сигнала спектрометра, не превышающего уровень, установленный изготовителем спектрометра.

7.5.1.3 Контроль качества бидистиллированной (деионизованной) воды, растворов азотной и соляной кислот

Перед началом работы проверяют качество бидистиллированной (деионизованной) воды, раствора азотной кислоты объемной доли 0,3 % (см. 7.3.2), раствора соляной кислоты объемной доли 25 % (см. 7.3.3). Для этого последовательно дозируют в графитовую кювету одинаковые объемы воды, или раствора азотной кислоты по 7.3.2, или соляной кислоты по 7.3.3, разбавленной бидистиллированной (деионизованной) водой из расчета 2 см^3 на 100 см^3 воды, и градуировочного раствора определяемого элемента по таблице 1 (например, 20 мм^3) и измеряют выходной сигнал спектрометра в каждом случае.

Качество воды, или раствора азотной кислоты, или раствора соляной кислоты признают удовлетворительным, если отношение выходных сигналов спектрометра для воды, или раствора азотной кислоты, или раствора соляной кислоты и градуировочного раствора не превышает 0,05.

7.5.1.4 Измерение градуировочных растворов

В графитовую кювету атомизатора, подготовленную по 7.5.1.2, последовательно вводят пипеточным дозатором или при помощи автосемплера аликвоту градуировочного раствора элемента, приготовленного в соответствии с 7.3.9, и измеряют выходной сигнал спектрометра.

Используют не менее трех значений объемов градуировочного раствора в диапазоне от 5 до 40 мм^3 или в диапазоне, рекомендованном изготовителем спектрометра, и каждый выбранный объем дозируют от трех до пяти раз.

Затем рассчитывают среднеарифметическое значение результатов выходного сигнала для всех вводов аликвоты определенного объема и проверяют приемлемость полученных значений, используя критерии, установленные изготовителем спектрометра. При необходимости выявляют и устраняют причины неудовлетворительных результатов и повторяют ввод градуировочного раствора.

В качестве выходного сигнала спектрометра для нулевой точки (масса соответствующего элемента равна нулю) берут среднеарифметическое значение не менее трех последовательных результатов, полученных при отжиге графитовой кюветы (см. 7.5.1.2), при условии, что каждое значение не превышает установленный для него уровень.

При проведении градуировки спектрометра, а также при измерении подготовленных проб для всех элементов, кроме хрома, рекомендуется использование модификаторов по 7.3.4—7.3.6 в соответствии с таблицей 3. В этом случае модификатор добавляют при измерении как всех градуировочных растворов, так и подготовленных холостых и рабочих проб.

Модификатор вводят одним из двух следующих способов:

- один и тот же объем модификатора дозируют непосредственно в графитовую кювету спектрометра до дозирования градуировочного раствора или пробы таким образом, чтобы суммарный объем не превышал 50 мм^3 (способ ввода 1 по таблице 1);

- один и тот же объем модификатора вносят во все градуировочные растворы и растворы проб и полученные растворы с добавкой модификатора вводят в графитовую кювету (способ ввода 2 по таблице 3). Этот способ применяется только для нитрата палладия.

Таблица 3 — Рекомендуемые модификаторы и способы их применения

Элемент	Используемый модификатор	Объем ввода, мм^3	Способ ввода
Cd	$Pd(NO_3)_2$, по 7.3.4	10	1
As		20	2
Pb	$Mg(NO_3)_2 + NH_4H_2PO_4$, по 7.3.5	10	1
Sn	$Pd(NO_3)_2 + Mg(NO_3)_2$, по 7.3.6	10	1

7.5.1.5 Установление градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика представляет собой зависимость среднеарифметических значений выходного сигнала спектрометра (см. 7.5.1.4) от массы элемента, введенной в графитовую кювету.

Массу элемента, введенную в графитовую кювету, M, пг, вычисляют по формуле

$$M = C \cdot V, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3;

V — объем градуировочного раствора, введенный в кювету, мм^3.

7.5.1.6 Построение градуировочной характеристики

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную характеристику и проверяют ее приемлемость. При необходимости проводят экспериментальную проверку приемлемости градуировочной характеристики по процедуре контроля ее стабильности (см. 7.5.1.7).

7.5.1.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед началом работы на спектрометре и после каждых 15—20 измерений. При этом вводятся те же модификаторы, что и при градуировке спектрометра.

В качестве образца для контроля используют градуировочный раствор определяемого элемента (таблица 2). Допускается использование растворов других концентраций при условии, что масса элемента в дозируемом объеме соответствует диапазону градуировочной характеристики.

Дозируют образец для контроля не менее трех раз (объем дозы во всех случаях должен быть постоянным и составлять от 10 до 40 мм^3) в графитовую кювету спектрометра, проводят атомизацию по 7.5.1.4. При помощи программного обеспечения спектрометра вычисляют массу элемента в дозированном объеме с использованием градуировочной характеристики по 7.5.1.5, а затем массовую концентрацию элемента в образце для контроля для каждого ввода, их среднеарифметическое значение, а также проверяют приемлемость полученных результатов, используя критерии, сформулированные изготовителем спектрометра.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если отклонение найденного среднеарифметического значения массовой концентрации элемента от значения в образце для контроля не более ± 12 %, т. е. выполняется условие

$$\frac{|\overline{C} - C_0|}{C_0} \le 0{,}12, \qquad (2)$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации элемента в образце для контроля, мкг/дм^3;

C_0 — фактическое значение массовой концентрации элемента в образце для контроля, мкг/дм^3.

В этом случае градуировочная характеристика может быть использована для проведения дальнейших измерений проб. В противном случае находят причины, приведшие к нарушению стабильности градуировочной характеристики (ошибка в приготовлении раствора, исчерпан ресурс работоспособности графитовой кюветы и т. д.), устраняют их и вновь проводят градуировку спектрометра по 7.5.1.4.

Результаты, полученные после предыдущего контроля стабильности, считают сомнительными, и измерения проб, проведенные в этот период, повторяют.

7.5.2 Градуировка спектрометра при определении ртути

7.5.2.1 Платинирование графитовой кюветы

Платинирование графитовой кюветы проводят при помощи раствора гексахлорплатиновой кислоты (см. 7.3.10.5) путем его дозирования в кювету и проведения атомизации в режиме, рекомендованном изготовителем спектрометра. Дозирование и атомизацию проводят не менее пяти раз.

Платинирование необходимо повторять после проведения 50—60 измерений, а также при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики по 7.5.2.5.

7.5.2.2 Контроль чистоты раствора разбавления

Перед началом работы проверяют чистоту раствора разбавления, приготовленного по 7.3.10.2. Для этого измеряют выходной сигнал спектрометра при дозировании 5 см^3 раствора разбавления и градуировочного раствора № 1 (см. таблицу 2) согласно 7.5.2.3. Значение выходного сигнала спектрометра от градуировочного раствора № 1 должно превышать значение выходного сигнала от раствора разбавления не менее чем в 20 раз.

Если это требование не выполняется, то находят и устраняют причины загрязнений и заново готовят раствор разбавления и градуировочные растворы.

7.5.2.3 Измерение градуировочных растворов ртути

Подготавливают спектрометр к работе с ртутно-гидридной приставкой и устанавливают параметры проведения измерений (расход аргона, температурные режимы и длительность отдельных стадий) в соответствии с руководством по эксплуатации.

В реакционный сосуд ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 см^3 восстановительного раствора хлорида олова по 7.3.10.4 и для удаления следов ртути, загрязняющей восстановительный раствор, продувают его аргоном (расход 0,4—0,6 дм^3/мин, время от 10 до 60 с в зависимости от чистоты реактивов). В реакционный сосуд вводят дозатором 5 см^3 раствора разбавления или градуировочного раствора ртути, приготовленного по 7.3.10.6в), и проводят измерение выходного сигнала спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации.

Массу ртути, соответствующую вводу 5 см^3 градуировочного раствора, вычисляют по формуле (1).

Измерения начинают с раствора разбавления, а затем последовательно вводят градуировочные растворы в порядке возрастания массовой концентрации ртути. Раствор разбавления и каждый градуировочный раствор измеряют от трех до пяти раз.

Затем, используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднеарифметическое значение выходного сигнала для всех вводов аликвоты определенного объема и проверяют приемлемость полученных значений, используя критерии, установленные изготовителем спектрометра. При необходимости выявляют и устраняют причины неудовлетворительных результатов и повторяют ввод градуировочного раствора.

В качестве выходного сигнала спектрометра для нулевой точки (масса ртути равна нулю) берут среднеарифметическое значение не менее трех последовательных значений, полученных для раствора разбавления (см. 7.5.2.2), при условии, что каждое значение не превышает установленный для него уровень.

7.5.2.4 Построение градуировочной характеристики — по 7.5.1.6.

7.5.2.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики — по 7.5.1.7.

8 Проведение испытаний

8.1 Минерализация анализируемых проб

8.1.1 Минерализация анализируемых проб для определения содержания свинца, кадмия, хрома и олова

Для всех способов минерализации в случае, если неизвестен состав пробы, следует брать анализируемую пробу максимальной массы для соответствующего способа. В тех случаях, когда не удается добиться полной минерализации проб способом сухой минерализации (например, образуется нерастворимый в кислотах остаток), используют мокрую минерализацию по 8.1.1.2 или минерализацию при повышенном давлении по 8.1.1.3.

Примечание — При определении содержания олова используется только мокрая минерализация по 8.1.1.2.

8.1.1.1 Сухая минерализация

Способ сухой минерализации применяют для всех видов кормов, комбикормов и комбикормового сырья.

В фарфоровый или кварцевый тигель (чашку) помещают от 0,5 до 2,0 г анализируемой пробы, взвешенной с погрешностью ± 0,001 г, и проводят минерализацию по ГОСТ 26929—94 (раздел 3). Полученную золу растворяют в 1 $см^3$ раствора азотной кислоты по 7.3.7, упаривают до влажных солей и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25—100 $см^3$ раствором азотной кислоты по 7.3.2. Объем в колбе доводят до метки тем же раствором кислоты и перемешивают.

8.1.1.2 Мокрая минерализация

От 0,5 до 1,0 г анализируемой пробы, взвешенной с погрешностью ± 0,001 г, помещают в колбу Кьельдаля и проводят минерализацию по ГОСТ 26929—94 (раздел 4) или по предлагаемой схеме.

К анализируемой пробе, помещенной в колбу Кьельдаля, добавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выдерживают не менее 15 мин. Затем постепенно нагревают колбу, упаривая объем содержимого колбы до 3—5 $см^3$. После этого осторожно добавляют 15 $см^3$ перекиси водорода порциями по 1 $см^3$ и снова упаривают до 3—5 $см^3$. Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют нерастворившиеся частицы.

В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить массу анализируемой пробы, либо увеличить объем реактивов, используемых для разложения.

Раствор, полученный по способу мокрой минерализации, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25—100 $см^3$, омывая стенки колбы Кьельдаля бидистиллированной (деионизованной) водой. Объем в колбе доводят до метки этой же водой и перемешивают.

8.1.1.3 Минерализация при повышенном давлении

Минерализация при повышенном давлении — по ГОСТ Р 53150—2008 (раздел 6) со следующими уточнениями:

- используют от 0,5 до 1,0 г анализируемой пробы, от 10 до 15 $см^3$ концентрированной азотной кислоты или в соответствии с руководством по эксплуатации прибора (системы) для минерализации при повышенном давлении;

- полученный минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25—50 $см^3$, омывая стенки сосуда, в котором проводилась минерализация пробы, бидистиллированной (деионизованной) водой. Объем в колбе доводят до метки этой же водой и перемешивают.

8.1.2 Минерализация анализируемых проб для определения содержания ртути и мышьяка

При определении содержания ртути применяют мокрую минерализацию и минерализацию при повышенном давлении, а при определении мышьяка используют только мокрую минерализацию по 8.1.2.1.

8.1.2.1 Мокрая минерализация

От 0,1 до 2,0 г анализируемой пробы, взвешенную с погрешностью ± 0,0001 г, помещают в круглодонную термостойкую колбу со шлифом, вносят 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты [если кислота интенсивно впитывается пробой, рекомендуется также добавить от 1 до 5 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды] и оставляют на 10—20 мин.

Закрывают колбу обратным холодильником, включают ток воды через рубашку холодильника и осторожно нагревают смесь, избегая бурной реакции на первых стадиях разложения. Затем плавно увеличивают интенсивность нагрева, доводя смесь до кипения. Ориентировочная длительность этапа от 30 до 40 мин.

После прекращения бурного выделения оксидов азота через обратный холодильник к реакционной смеси аккуратно добавляют при определении ртути по 5 см^3 концентрированных азотной и серной кислот, при определении мышьяка — 5 см^3 концентрированной азотной кислоты. Увеличивают нагрев, добиваясь интенсивного кипения. Выдерживают 30—40 мин. Перекрывают ток воды через рубашку холодильника и, выждав 2—3 мин, вводят в реакционную смесь через обратный холодильник 10—30 см^3 (для мышьяка 5—10 см^3) перекиси водорода порциями по 1—2 см^3 с интервалом 2—3 мин до потери окраски реакционной смеси.

Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют нерастворившиеся частицы. В случае неполной минерализации рекомендуется уменьшить анализируемую пробу или увеличить объемы реактивов, используемых для разложения. В этом случае следует учитывать, что суммарный объем реактивов не должен превышать объем колбы, в которую будет перенесен минерализат, т. к. объем смеси в процессе подготовки пробы не уменьшается.

Затем добавляют через обратный холодильник небольшое количество бидистиллированной (деионизованной) воды и кипятят реакционную смесь еще 5 мин, после чего охлаждают. При определении массовой концентрации ртути снимают обратный холодильник и в реакционную смесь добавляют 2 см^3 раствора бихромата калия массовой долей 4 % по 7.3.10. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, омывая стенки колбы бидистиллированной (деионизованной) водой. Объем в колбе доводят до метки той же водой и перемешивают.

Пробу необходимо проанализировать в течение 48 ч.

Примечание — Мгновенное разрушение окраски бихромата калия при его добавлении в минерализат может свидетельствовать о присутствии в реакционной смеси перекиси водорода либо о неполной минерализации органических веществ; и то, и другое недопустимо. В этом случае следует повторить минерализацию анализируемой пробы.

8.1.2.2 Минерализация при повышенном давлении

Минерализация проб при повышенном давлении — в соответствии с ГОСТ Р 53150—2008 (раздел 6) со следующими уточнениями:

- (0,100 ± 0,001) г анализируемой пробы помещают в контейнер для подготовки проб, приливают 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и выдерживают в течение 10 мин без герметизации;
- проводят минерализацию пробы под давлением в соответствии с руководством по эксплуатации прибора (системы) для минерализации при повышенном давлении.

Полученный минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, омывая стенки фторопластового стакана, в котором проводилась минерализация пробы, бидистиллированной (деионизованной) водой. Вносят 2 см^3 раствора бихромата калия по 7.3.10.2, доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

8.2 Подготовка контрольной (холостой) пробы

Контрольную (холостую) пробу готовят одновременно с анализируемой пробой, осуществляя все процедуры в соответствии с 8.1, используя те же реактивы и в тех же количествах, но без анализируемой пробы.

Примечание — Следует иметь в виду, что величина сигнала холостой пробы определяет возможность проводить измерения в области низких концентраций элементов в растворе. Основной причиной загрязнений холостой пробы обычно является кислота, используемая при подготовке пробы.

8.3 Проведение измерений

8.3.1 Измерение массовой концентрации свинца, кадмия, хрома, олова и мышьяка

Аликвоту пробы, подготовленной по 8.1.1 или 8.1.2, объемом от 5 до 40 мм^3 или в соответствии с рекомендациями изготовителя спектрометра дозируют в графитовую кювету и регистрируют выходной сигнал. Параметры регистрации выходного сигнала (в том числе введение модификатора) при определении массовой концентрации конкретного элемента в подготовленной пробе и при градуировке (см. 7.5.1.4) должны совпадать.

Объем дозируемой аликвоты минерализата рекомендуется подобрать таким образом, чтобы величина выходного сигнала спектрометра по возможности соответствовала середине диапазона градуировочной характеристики.

Если выходной сигнал спектрометра превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то подготовленную пробу разбавляют используемой при подготовке кислотой таким образом, чтобы выходной сигнал от разбавленной подготовленной пробы соответствовал примерно середине диапазона градуировочной характеристики при дозировании от 10 до 20 мм^3.

Коэффициент разбавления, Q, вычисляют по формуле

$$Q = \frac{V_k}{V_a}, \quad (3)$$

где V_k — объем разбавленной пробы, см^3;

V_a — аликвотная порция исходной пробы, взятая для разбавления, см^3.

Выбранный объем подготовленной исходной и/или разбавленной пробы дозируют в графитовую кювету не менее трех раз и каждый раз регистрируют выходной сигнал спектрометра. При помощи программного обеспечения к спектрометру вычисляют массу элемента в дозированном объеме с использованием градуировочной характеристики, а затем — массовую концентрацию элемента в подготовленной исходной и/или разбавленной пробе для каждого ввода. Вычисляют среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации элемента ($C_{изм}$, мкг/дм^3) и проводят проверку приемлемости полученных результатов с использованием критериев, сформулированных изготовителем спектрометра.

При положительных результатах проверки приемлемости среднее арифметическое значение $C_{изм}$ принимают за результат измерений массовой концентрации элемента в подготовленной исходной и/или разбавленной пробе. В противном случае находят и устраняют причины неудовлетворительных результатов и измерения повторяют.

8.3.2 Измерение массовой концентрации ртути

Анализируют не менее трех аликвот минерализата каждой подготовленной пробы. Для этого в реакционный сосуд ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 см^3 восстановительного раствора хлорида олова по 7.3.10.4 и для удаления следов ртути, загрязняющей восстановительный раствор, продувают его аргоном (расход от 0,4 до 0,6 дм^3/мин, время от 10 до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) и дозируют аликвоту 5 см^3 минерализата пробы, подготовленного по 8.1.2.

Для каждой аликвоты регистрируют среднеарифметическое значение результатов измерений выходного сигнала спектрометра. Параметры регистрации выходного сигнала при определении массовой концентрации ртути в подготовленной пробе и при градуировке (см. 7.5.2.3) должны совпадать.

В случае превышения выходного сигнала пробы над максимальным сигналом, зарегистрированным при градуировке спектрометра, подготовленную пробу разбавляют бидистиллированной (деионизованной) водой так, чтобы значение выходного сигнала попало в середину диапазона градуировочной характеристики. Коэффициент разбавления, Q, вычисляют по формуле (3).

При помощи программного обеспечения к спектрометру вычисляют массу ртути в аликвоте подготовленной пробы и/или разбавленной подготовленной пробы с использованием градуировочной характеристики, а затем — массовую концентрацию ртути в подготовленной исходной и/или разбавленной пробе для каждого ввода. Вычисляют среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации элемента ($C_{изм}$, мкг/дм^3) и проводят проверку приемлемости результатов с использованием критериев, сформулированных изготовителем спектрометра.

При положительных результатах проверки приемлемости среднее арифметическое значение $C_{изм}$ принимают за результат измерений массовой концентрации ртути в подготовленной исходной и/или разбавленной пробе. В противном случае находят и устраняют причины неудовлетворительных результатов и измерения повторяют.

8.3.3 Анализ холостой пробы

Холостые пробы, приготовленные по 8.2, анализируют одновременно с испытуемыми пробами согласно 8.3.1 или 8.3.2.

За результат измерения массовой концентрации элемента в холостой пробе ($C_{хол}$) принимают среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных при последовательных вводах холостой пробы в графитовую кювету (см. 8.3.1) или при анализе ее аликвот по 8.3.2.

Для обеспечения точности измерений в соответствии со значениями показателей, приведенными в таблице 4, величина холостой пробы.

Значение массовой концентрации элемента в холостой пробе не должно превышать 0,1 мкг/дм^3 для кадмия и ртути, 2 мкг/дм^3 для хрома, свинца и мышьяка и 4 мкг/дм^3 для олова.

Если эти требования для холостой пробы не выполняются, необходимо найти и устранить источник загрязнения, вновь приготовить по 8.2 холостую пробу и проанализировать ее.

Если пробы анализируют с разбавлением, то контрольную (холостую) пробу необходимо разбавить идентично.

9 Обработка результатов измерений

Массовую долю определяемого элемента в пробе, X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_{изм} - C_{хол}) \cdot V \cdot Q \cdot 0{,}001}{m}, \quad (4)$$

где $C_{изм}$ — массовая концентрация элемента в минерализате пробы (см. 8.3.1 или 8.3.2), мкг/дм^3;

$C_{хол}$ — массовая концентрация элемента в холостой пробе (см. 8.3.3), мкг/дм^3;

V — объем минерализата, см^3;

Q — коэффициент разбавления;

0,001 — коэффициент согласования размерности единиц массы;

m — масса анализируемой пробы, г.

Результат измерений представляют в виде ($X \pm \Delta$), мг/кг, где Δ — абсолютная погрешность измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, которую вычисляют по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot X \cdot \delta, \quad (5)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

X — массовая доля определяемого элемента, мг/кг;

δ — границы относительной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, % (см. таблицу 4).

В некоторых случаях (выборочно в каждой серии испытаний или при эпизодическом определении элементов) за результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с разделом 10.

10 Контроль точности результатов испытаний

Контроль точности результатов испытаний предусматривает проведение выборочного контроля стабильности результатов испытаний с учетом условий повторяемости (сходимости) и воспроизводимости по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений, X_1 и X_2, мг/кг, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости (сходимости) по ГОСТ Р ИСО 5725-1, должно соответствовать условию

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot \bar{X} \; r, \quad (6)$$

где X_1 и X_2 — результаты параллельных измерений, мг/кг;

0,01 — коэффициент пересчета;

$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных измерений, мг/кг;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 4), %.

Таблица 4 — Метрологические характеристики метода

Наименование определяемого элемента	Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между результатами двух параллельных измерений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %	Границы относительной погрешности при вероятности $P = 0{,}95$, $\pm \delta$, %
Кадмий	От 0,01 до 1,00 включ.	25	36	26
Свинец	От 0,05 до 0,20 включ. Св. 0,2 до 10,0 включ.	39 25	56 36	40 26

Окончание таблицы 4

Наименование определяемого элемента	Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между результатами двух параллельных измерений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %	Границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$, $\pm \delta$, %
Мышьяк	От 0,05 до 10,00 включ.	25	36	26
Ртуть*	От 0,0025 до 0,0050 включ. Св. 0,005 до 1,000 включ.	36 25	50 36	36 26
Ртуть**	От 0,005 до 0,020 включ. Св. 0,02 до 1,00 включ.	39 25	56 36	40 26
Хром	От 0,2 до 10,0 включ.	25	36	26
Олово	От 5 до 1000 включ.	48	70	50

* При подготовке анализируемой пробы способом мокрой минерализации.
** При подготовке анализируемой пробы способом минерализации при повышенном давлении.

Если это условие не соблюдается, то испытание повторяют на удвоенном количестве проб. При повторном неудовлетворительном результате находят и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$, мг/кг, на идентичных пробах разными операторами с использованием различного оборудования, должно соответствовать условию

$$\left|X_{1лаб} - X_{2лаб}\right| = 0,01 \cdot \bar{X} \cdot R, \qquad (7)$$

где $X_{1лаб}$, $X_{2лаб}$ — результаты измерений, полученные в двух лабораториях, мг/кг;
0,01 — коэффициент пересчета;
$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений в двух лабораториях, мг/кг;
R — предел воспроизводимости (см. таблицу 4), %.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (раздел 5).

Приложение А
(рекомендуемое)

Алгоритм приготовлениия градуировочных растворов хрома, кадмия, свинца, мышьяка и олова

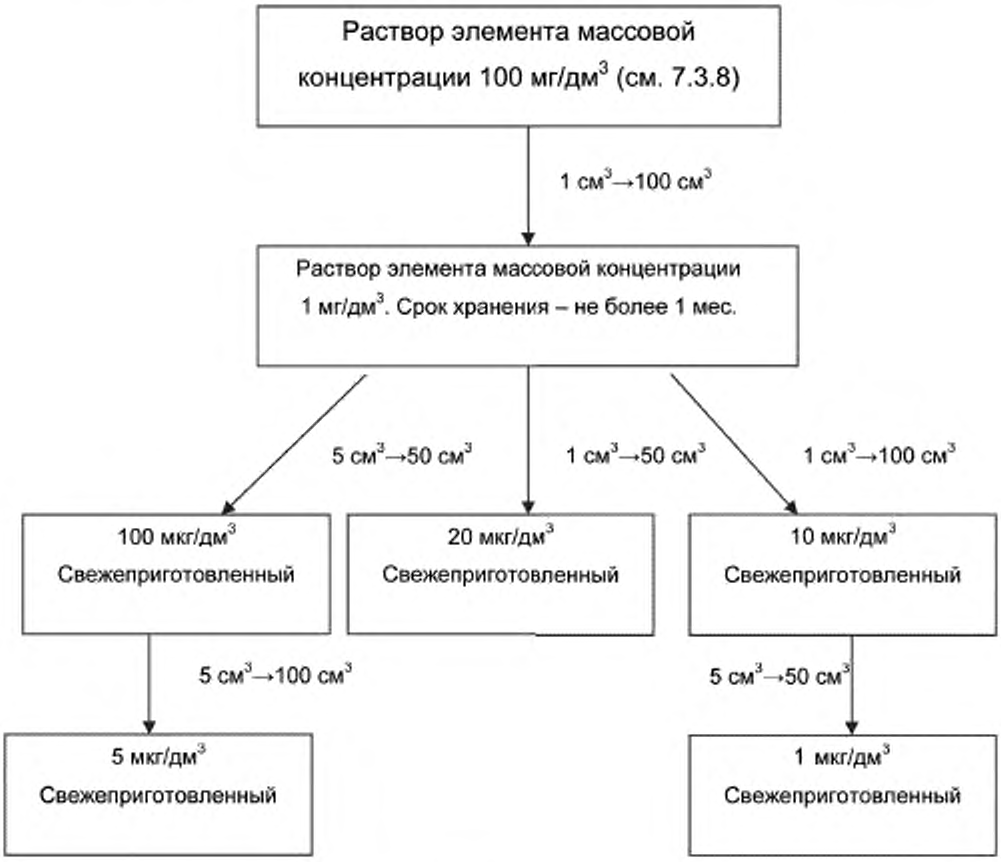

Рисунок А.1

Для приготовления градуировочных растворов As, Cd, Cr, Pb используется раствор азотной кислоты объемной долей 0,3 % по 7.3.2.

Для приготовления градуировочного раствора Sn массовой концентрации 1 мг/дм^3 используется раствор соляной кислоты объемной долей 25 % по 7.3.3; для дальнейшего его разведения и получения градуировочного раствора Sn массовой концентрации 20 мкг/дм^3 используется бидистиллированная (деионизованная) вода.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Рекомендуемые условия проведения атомизации

Б.1 Рекомендуемые рабочие длины волн элементов, а также значения температуры атомизации при использовании модификаторов матрицы по 7.3.4—7.3.6 приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Рекомендуемые значения длин волн и температуры атомизации элементов

Обозначение элемента	Длина волны, нм	Температура атомизации, °С
Cd	228,8	2000
Pb	283,3	2400
As	193,7	2750
Cr	357,9	2550
Sn	286,3	2650

Библиография

[1] Санитарные правила при работе с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением от 4 апреля 1988 г. № 4607—88

УДК 636.085.3:006.354 ОКС 65.120

Ключевые слова: корм, комбикорм, комбикормовое сырье, мышьяк, кадмий, хром, свинец, олово, ртуть, минерализация, атомно-абсорбционная спектроскопия, метрологические характеристики

Редактор переиздания *Е.В. Яковлева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 02.06.2020. Подписано в печать 30.09.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 1,80.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru