МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34596— 2019

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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 от 30 сентября 2019 г. № 122-П)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 ноября 2019 г. № 1084-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34596—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2020 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

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

МКС 65.120
67.050
67.120.30

Поправка к ГОСТ 34596—2019 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Определение массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути методом высокоэффективной жидкостной хроматографии-масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы

(ИУС № 4 2020 г.)

МКС 65.120
67.050
67.120.30

Поправка к ГОСТ 34596—2019 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Определение массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, КОРМА, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Определение массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути методом высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Food products, feed, food raw materials. Determination of the mass fraction of methylmercury compounds and inorganic mercury compounds by high performance liquid chromatography-mass spectrometry with inductively coupled plasma

Дата введения — 2020—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты, продовольственное сырье и кормовые средства: рыбу, нерыбные объекты морского промысла, кормовую муку из рыбы, морских млекопитающих, ракообразных и беспозвоночных (далее — кормовая мука), корма на основе рыбной муки и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (далее — ВЭЖХ-ИСП-МС) для определения массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути в диапазоне измерений от 0,013 до 10,0 млн$^{-1}$ (мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.085 Арматура трубопроводная. Клапаны предохранительные. Выбор и расчет пропускной способности

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

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ OIML R 76—1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru) указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на экстракционном извлечении соединений метилртути и неорганических соединений ртути из анализируемой пробы водным раствором L-цистеина с последующим количественным определением их методом ВЭЖХ-ИСП-МС. Количественное определение проводят методом внешнего стандарта по площади пика идентифицированного соединения относительно градуировочной характеристики, полученной при анализе градуировочных растворов.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

4.1 Для определения массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не более 150 г и пределами допускаемой погрешности не более ± 0,001 г;
- квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой, позволяющий проводить измерения в диапазоне масс от 3 до 256 атомных единиц массы (а.е.м.), оснащенный компьютерной системой обработки данных;
- систему высокоэффективную жидкостную хроматографическую, состоящую из бинарного насоса со смесителем, системы фильтрования и дегазации подвижных фаз, термостата хроматографической колонки, компьютера с установленным программным обеспечением;
- колонку хроматографическую длиной 150 мм, диаметром 3,0 мм, наполнителем С8 с размером пор 3,5 мкм*;
- баню водяную лабораторную с возможностью контроля температуры, с поддержанием температуры воды на уровне (60 ± 4) °С;
- автоматические дозаторы одноканальные переменной вместимости 5—50, 100—1000 и 1000—5000 мм^3 с допустимой относительной погрешностью дозирования не более ± 1 %;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный погружной;
- морозильную камеру любого типа с рабочим диапазоном температур от минус 15 °С до минус 25 °С;
- мельницу лабораторную;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты с удельным сопротивлением 18,2 МОм·см при температуре 25 °С;
- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- шкаф сушильный с максимальной температурой нагрева не менее 100 °С и погрешностью поддержания заданной температуры ±5 °С;
- фильтры мембранные с размером пор не менее 0,45 мкм;
- шприцы полипропиленовые вместимостью 2, 5, 10 см^3;
- виалы (флаконы) темного стекла для автоматического устройства ввода проб вместимостью 1 см^3 с завинчивающимися крышками;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 50 см^3 с завинчивающимися крышками;

* Например, колонка хроматографическая Zorbax SB-C8 (3,5 μm, 3,0 × 150 мм). Указанная колонка является рекомендуемой. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других колонок с аналогичными характеристиками.

- колбы мерные 1—50 (500, 1000)—2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1—10 (50)—1 по ГОСТ 1770.

4.2 Для определения массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути применяют следующие реактивы:

- L-цистеин гидрохлорид моногидрат, М = 175,64 г/моль, с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %;
- L-цистеин (свободное основание), М = 121,16 г/моль, с массовой долей основного вещества не менее 99,8 %;
- метанол с содержанием основного вещества не менее 99,9 %;
- хлорид метилртути (II), М = 251,08 г/моль, с массовой долей основного вещества не менее 95,0 %;
- хлорид ртути (II), М = 271,50 г/моль, с массовой долей основного вещества не менее 99,50 %;
- воду деионизированную высокой чистоты с удельным сопротивлением 18,2 МОм·см при температуре 25 °С;
- кислоту соляную ос.ч. по ГОСТ 14261;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157.

4.3 Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также вспомогательного оборудования, реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

5 Требования безопасности и условия выполнения измерений

5.1 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности по ГОСТ 12.1.007, при работе с ними следует соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

5.2 Помещения, в которых проводят анализ и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

5.3 Приготовление градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу.

5.4 При выполнении измерений с использованием масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019, пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018 и правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением по ГОСТ 12.2.085.

5.5 К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих высшее специальное образование, прошедших соответствующий инструктаж, владеющих техникой ВЭЖХ-ИСП-МС и изучивших инструкции по эксплуатации используемых приборов.

5.6 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 17 °С до 23 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 20 % до 80 %.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Приготовление водного раствора L-цистеина с массовой долей 1 % для экстракции ртути

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят навеску 10,0 г L-цистеина гидрохлорида моногидрата, растворяют в небольшом количестве деионизированной воды и доводят объем раствора до метки деионизированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.1.2 Приготовление водного раствора L-цистеина с массовой долей 10 % для приготовления градуировочных растворов

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят навеску 5,0 г L-цистеина гидрохлорида моногидрата, растворяют в небольшом количестве деионизированной воды и доводят объем раствора до метки деионизированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.1.3 Приготовление (подвижной фазы) водного раствора L-цистеина с массовой долей 0,1 %

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят навеску 0,5 г L-цистеина гидрохлорида моногидрата и навеску 0,5 г L-цистеина (свободное основание), растворяют в небольшом количестве деионизированной воды и доводят объем раствора до метки деионизированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 15 °С до 25 °С — не более 1 мес.

6.1.4 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 1 %

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 1,35 $см^3$ соляной кислоты с массовой долей 37 % и доводят до метки деионизированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 15 °С до 25 °С — не более одного года.

6.2 Приготовление градуировочных растворов

6.2.1 Приготовление раствора хлорида метилртути (раствор C_1) с концентрацией ионов метилртути 1000 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 0,0626 г хлорида метилртути (II) (CH_3HgCl), приливают 10 $см^3$ метанола, закрывают крышкой и перемешивают до полного растворения хлорида метилртути (II). Доводят объем раствора до метки деионизированной водой. Приготовление проводят в вытяжном шкафу.

Срок хранения раствора в темном месте при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

6.2.2 Приготовление раствора хлорида ртути (раствор C_2) с концентрацией ионов хлорида ртути 2000 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 0,1354 г хлорида ртути (II) ($HgCl_2$), приливают 5,0 $см^3$ 1 %-ного раствора соляной кислоты (см. 6.1.4), закрывают крышкой и перемешивают до полного растворения хлорида ртути (II). Доводят объем раствора до метки деионизированной водой. Приготовление проводят в вытяжном шкафу.

Срок хранения раствора в темном месте при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

6.2.3 Приготовление исходного раствора (C_3) с концентрацией ионов хлорида метилртути 1000 мкг/$дм^3$ и с концентрацией ионов хлорида ртути 1000 мкг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 40 $см^3$ деионизированной воды и автоматическим дозатором 0,1 $см^3$ 10 %-ного раствора L-цистеина (см. 6.1.2). Затем автоматическими дозаторами добавляют 50,0 $мм^3$ раствора C_1 (см. 6.2.1) и 25,0 $мм^3$ раствора C_2 (см. 6.2.2), доводят объем раствора до метки деионизированной водой.

Срок хранения раствора в темном месте при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

6.2.4 Приготовление градуировочного раствора (G_1) с концентрацией ионов хлорида метилртути 100 мкг/$дм^3$ и с концентрацией ионов хлорида ртути 100 мкг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 30 $см^3$ деионизированной воды и автоматическим дозатором 5,0 $см^3$ 10 %-ного раствора L-цистеина (см. 6.1.2). Затем автоматическим дозатором добавляют 5,0 $см^3$ исходного раствора C_3 (см. 6.2.3), доводят объем раствора до метки деионизированной водой и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно в день проведения измерений.

6.2.5 Приготовление градуировочного раствора (G_2) с концентрацией ионов хлорида метилртути 10 мкг/$дм^3$ и с концентрацией ионов хлорида ртути 10 мкг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 40 $см^3$ деионизированной воды и автоматическим дозатором 5,0 $см^3$ 10 %-ного раствора L-цистеина (см. 6.1.2). Затем автоматическим дозатором добавляют 0,5 $см^3$ исходного раствора C_3 (см. 6.2.3), доводят объем раствора до метки деионизированной водой и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно в день проведения измерений.

6.2.6 Приготовление градуировочного раствора (G_3) с концентрацией ионов хлорида метилртути 1 мкг/$дм^3$ и с концентрацией ионов хлорида ртути 1 мкг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 40 $см^3$ деионизированной воды и автоматическим дозатором 5,0 $см^3$ 10 %-ного раствора L-цистеина (см. 6.1.2). Затем автоматическим дозатором добавляют 0,5 $см^3$ градуировочного раствора (G_1) (см. 6.2.4), доводят объем раствора до метки деионизированной водой и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно в день проведения измерений.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб рыбы, нерыбных объектов и продукции из них — по ГОСТ 31339.

7.1.2 Отбор проб кормов, кормовой муки — по ГОСТ 13496.0.

7.1.3 Пробы, отобранные по 7.1.1, при отсутствии возможности анализа в день отбора, замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С до проведения анализа, но не более 2 мес.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Рыбу предварительно очищают от крупных костей, кожи, креветки — от панциря, других нецелевых составляющих и измельчают на гомогенизаторе. Пробы кормов измельчают в лабораторной мельнице до получения однородной фракции.

7.2.2 Взвешивают навеску подготовленной анализируемой пробы массой 0,2 г (кормовая мука, сухие корма и т.д.) или массой 0,5 г (рыба, нерыбные объекты, корма) и помещают в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$. Затем вносят 10 $см^3$ 1 %-ного раствора L-цистеина (см. 6.1.1), плотно закручивают крышку и энергично встряхивают. Затем нагревают пробирку на водяной бане (120 ± 5) мин при температуре (60 ± 4) °С, встряхивая через каждые 60 мин нагрева.

7.2.3 Затем пробу охлаждают до комнатной температуры.

7.2.4 Полученный экстракт фильтруют через мембранный фильтр в виалы и используют для проведения измерений методом ВЭЖХ-ИСП-МС.

7.3 Приготовление холостой пробы

Приготовление холостой пробы для контроля чистоты реактивов и посуды проводят по 7.2, без добавления пробы.

8 Проведение измерений

8.1 Условия хроматографического разделения

8.1.1 Масс-спектрометр и хроматограф включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры рабочих режимов масс-спектрометра и хроматографа.

8.1.2 Параметры хроматографического разделения настраивают согласно руководству (инструкции) по эксплуатации и в соответствии с видом комплектующих. Например, для колонки длиной 150 мм, диаметром 3,0 мм, наполнителем С8 с размером пор 3,5 мкм соблюдают следующие условия хроматографирования:

- температура термостата колонки — 25 °С;
- скорость потока подвижной фазы — 0,4 $см^3$/мин;
- дегазация — выключена;
- объем вводимой пробы — 20 $мм^3$.

Разделение проводят в режиме простого элюирования (приготовление подвижной фазы по 6.1.3).

Значения времени удерживания определяемых соединений метилртути и неорганических соединений ртути приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование соединения ртути	Время удерживания, мин	Возможное отклонение, мин
Неорганические соединения ртути	2,15	± 0,3
Соединения метилртути	3,31	± 0,3

8.1.3 Настройку параметров масс-спектрометрической системы проводят согласно инструкции по эксплуатации прибора. Прибор выдерживают во включенном состоянии с зажженной плазмой в течение 20 мин до начала измерений и используют следующие параметры*:

* Приведены настройки для указанного оборудования. Оптимизация параметров проводится по необходимости, и значения параметров могут отличаться от приведенных.

а) потоки аргона, дм^3/мин:
- плазмообразующий — 10,5,
- вспомогательный — 1,90,
- транспортирующий — 1,1;

б) глубина положения горелки — 6,5 мм;
в) мощность генератора — 1,20 кВт;
г) температура распылительной камеры — 3 °С;
д) распылитель — стеклянный Бабингтона;
е) настройки ионной оптики, В:
- первая экстракционная линза — минус 28,
- вторая экстракционная линза — минус 140,
- третья экстракционная линза — минус 370,
- угловая линза — минус 300,
- левая линза зеркала — 33,
- правая линза зеркала — 45,
- нижняя линза зеркала — 40,
- входная линза — минус 1,
- дополнительное смещение — минус 2,
- входной анод — минус 60,
- полюс смещения — минус 1,0.

Измерения аналитических сигналов ртути выполняют по измерению интенсивности ионных потоков по атомной массе изотопа ртути — 202 а. е. м.

Мощность плазмы, расход аргона и другие параметры устанавливают, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения компонентов. Настройку спектрометра проводят вручную или с использованием автоматической процедуры.

8.2 Проведение градуировки

8.2.1 Построение и расчет градуировочной характеристики проводят методом внешнего стандарта в каждой серии анализов с помощью компьютерной системы обработки данных.

8.2.2 Для установления градуировочной характеристики в инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 градуировочных растворов G_1—G_3, приготовленных по 6.2.4—6.2.6 в условиях, указанных в 8.1. Для каждого уровня массовой концентрации проводят не менее двух измерений.

8.2.3 С помощью компьютерной системы обработки данных устанавливают градуировочную характеристику в виде линейной зависимости массовой концентрации от площади пика.

Расчеты коэффициентов градуировочной характеристики выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

8.2.4 Градуировочная зависимость считается приемлемой, если значение квадрата коэффициента корреляции для градуировочной характеристики не менее 0,98.

8.3 ВЭЖХ-ИСП-МС-измерение

8.3.1 Для определения содержания соединений ртути проводят измерения в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации применяемого оборудования.

8.3.2 ВЭЖХ-ИСП-МС-анализ выполняют в виде серии измерений, включающей следующие образцы:
- холостая проба (см. 7.3);
- градуировочные растворы (см. 6.2.4—6.2.6);
- экстракты анализируемых проб, приготовленных по 7.2.

8.3.3 Для контроля повторяемости проводят измерения двух параллельных определений для каждой анализируемой пробы, проводя ее через все стадии подготовки проб, начиная от взвешивания навесок до обработки результатов измерений.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Программное обеспечение автоматически рассчитывает площади пиков и массовые концентрации соединений метилртути и неорганических соединений ртути в пересчете на ртуть в экстрактах

анализируемых проб, используя градуировочную зависимость, построенную при измерении градуировочных растворов.

9.2 Массовую долю соединений метилртути и неорганических соединений ртути в пересчете на ртуть в анализируемой пробе X_i, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{C_i \cdot V}{m \cdot 1000}, \quad (1)$$

где C_i — измеренная массовая концентрация соединений метилртути и неорганических соединений ртути в пересчете на ртуть в анализируемом растворе, мкг/дм^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса пробы, г.

9.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов вычислений двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2). При невыполнении этого условия результат измерений устанавливают согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.2.3 и 5.2.4).

Окончательный результат измерений округляют до второй значащей цифры и выражают в миллиграммах на килограмм (мг/кг).

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути в пересчете на ртуть с расширенной неопределенностью результатов аналитических измерений при коэффициенте охвата k = 2, указанной в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 — Показатели точности метода при измерении массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути в морепродуктах и рыбе

Наименование соединений ртути	Диапазон измерений массовой доли, млн$^{-1}$ (мг/кг)	Значение относительной расширенной неопределенности ±U, %, при коэффициенте охвата k = 2	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Предел повторяемости r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %
Соединения метилртути	От 0,013 до 0,500 включ.	30	9	25	15
	Св. 0,5 до 10,0 включ.	17	7	20	11
Неорганические соединения ртути	От 0,013 до 0,500 включ.	42	7	18	19
	Св. 0,5 до 10,0 включ.	20	4	11	8

Таблица 3 — Показатели точности метода при измерении массовой доли соединений метилртути и неорганических соединений ртути в рыбной муке и кормах

Наименование соединений ртути	Диапазон измерений массовой доли, млн$^{-1}$ (мг/кг)	Значение относительной расширенной неопределенности ±U, %, при коэффициенте охвата k = 2	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости) σ_r, %	Предел повторяемости r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %
Соединения метилртути	От 0,013 до 2,500 включ.	38	11	30	17
	Св. 2,5 до 10,0 включ.	24	9	25	14
Неорганические соединения ртути	От 0,013 до 2,500 включ.	39	7	19	16
	Св. 2,5 до 10,0 включ.	14	5	14	10

11 Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm 0{,}01 \cdot U \cdot \overline{X}, \quad (2)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

U — значение относительной расширенной неопределенности для соответствующего диапазона измерений содержания соответствующего соединения ртути (см. таблицы 2 и 3).

12 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории проводится с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6, периодичность регламентируется руководством по качеству.

УДК 664:543.544.5.068.7:006.354

МКС 65.120
67.050
67.120.30

Ключевые слова: пищевые продукты, корма, продовольственное сырье, соединения метилртути и неорганические соединения ртути, высокоэффективная жидкостная хроматография, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

БЗ 10—2019/14

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 07.11.2019. Подписано в печать 22.11.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru