ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ, АЗЫҚ-ТҮЛІК ШИКІЗАТЫ, ЖАНУАРЛАРҒА АРНАЛҒАН ЖЕМ

Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәннің, сынаптың, хромның мөлшерін электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

ҚР СТ 2350-2013

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ, АЗЫҚ-ТҮЛІК ШИКІЗАТЫ, ЖАНУАРЛАРҒА АРНАЛҒАН ЖЕМ

Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәннің, сынаптың, хромның мөлшерін электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау

ҚР СТ 2350-2013

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан метрология институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны мен «Люмэкс-маркетинг» ЖШҚ (Санкт-Петербург) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 29 қазандағы № 509-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт Ә 04-64-2010 «Тамақ өнімдері, азық-түлік шикізаты, жануарларға арналған жем. Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәннің, сынаптың, хромның мөлшерін МГА-915, МГА-915М, МГД-915МД электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау» негізінде әзірледі

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2019 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде жыл сайын, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (өзгертілу) жою жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі.».

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ, АЗЫҚ-ТҮЛІК ШИКІЗАТЫ, ЖАНУАРЛАРҒА АРНАЛҒАН ЖЕМ

Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәннің, сынаптың, хромның мөлшерін электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт электротермиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдісті пайдалану арқылы ет және ет өнімдері, балық және балық өнімдері, бидай, ұн-тартатын, арпа және ұннан пісіретін бұйымдар, жеміс – көкөніс өнімдері (оның ішінде шай, кофе, шырын және шырын өнімдері), қант және кондитерлік бұйымдар (оның ішінде шоколад), тұз, биологиялық белсенді қоспалар, консервілер, жемдер, құрастырылған жемдер және оларды өндіретін шикізат сынамасындағы кадмий, қорғасын, күшән, сынап және хром мөлшерін анықтау әдісі белгіленеді. Сұйылтуды ескере отырып, элементтердің массалық үлесін өлшеу ауқымы 1-кестеде келтірілген.

Сынапты анықтау үшін сынапты – гидридті қондырма қосымша пайдаланылады.

Осы стандарт майлы шикізаттар мен майлы өнімдерге, сондай-ақ алкогольсіз және алкогольді сусындарға қолданылмайды.

1-кесте. Сұйылтуды ескере отырып, элементтердің массалық үлесін өлшеу ауқымы

Элемент	Өлшеу ауқымы, мг/кг (млн[1])
Кадмий	0,01 бастап 1 дейін қоса алғанда
Қорғасын	0,05 бастап 10 дейін қоса алғанда
Күшән	0,05 бастап 10 дейін қоса алғанда
Сынап	0,0025 бастап 1 дейін қоса алғанда
Хром	0,2 бастап 10 дейін қоса алғанда

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 2.1-2009 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Терминдер мен анықтамалар.

ҚР СТ 2.4-2007 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшем құралдарын салыстырып тексеру. Ұйымдастыру және өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Өлшем бірлікті қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдары типін бекіту және сынақ өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 Қазақстан Республикасының Өлшем бірлікті қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдарының метрологиялық аттестациясын өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.79-2004 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Шетел өндірген заттар мен материалдардың құрамы мен қасиеттерінің стандарттық үлгілері. Қолдануға рұқсат ету тәртібі. Негізгі ережелер.

ГОСТ 12.0.004-90 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Еңбек қауіпсіздігін оқытуды ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ 12.1.004-91 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Еңбек қауіпсіздігін оқытуды ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ 12.1.007-76 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Зиянды заттар. Жіктеу және жалпы қауіпсіздік талаптары.

ГОСТ 12.4.009-2009 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Терминдер мен анықтамалар.

ГОСТ12.1.019-2009 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Қорғау түрлерінің жалпы талаптары мен номенклатурасы.

ГОСТ 12.4.009-83 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Объектілерді қорғауға арналған өрт сөндіру техникасы. Негізгі түрлер. Орналастыру және қызмет көрсету.

ГОСТ 177-88 Сутек тотығы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшегіш шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3772-74 Реактивтер. Екі орналасқан аммоний фосфор қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4220-75 Реактивтер. Калий екі ромовоқышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 5667-65 Нан және ұннан пісірілген бұйымдар. Қабылдау ережесі және сынамаларды іріктеу әдістері. Органолептикалық көрсеткіштер мен бұйым массасын анықтау әдістері.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 7702.0-74 Құс еті. Үлгілерді іріктеу әдістері. Сапаны бағалаудың органолептикалық әдістері.

ГОСТ 9147-80 Зертханалық фарфор ыдыстар мен жабдықтар. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9792-73 Шұжық бұйымдары және шошқа, қой, сиыр және союға арналған мал мен құс етінен жасалған өнімдер. Қабылдау ережесі және сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 11088-75 Реактивтер. 6-сулы нитрат магний. Техникалық шарттар.

ГОСТ 11125-84 Тазалығы ерекше азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгіш қағаз. Техникалық шарттар.

ГОСТ 13496.0-80 Құрастырылған жем, шикізат. Сынамаларды іріктеу әдісі.

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Қабылдау ережесі және сынамаларды іріктеу әдістері

ГОСТ 14261-77 Тазалығы ерекше тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14262-78 Тазалығы ерекше күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14836-82 Ұнтақтағы палладий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14919-83 Электроплиталар, электроплиткалар және ыстыққа төзімді тұрмыстық электршкафтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 19908-90 Тигльдер, тостағандар, стақандар, құтылар, құйғылар, сынауықтар және мөлдір кварц шынынан жасалған ұштар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыстар мен жабдықтар. Типтер, негізгі параметрлер мен өлшемдер.

ГОСТ 26312.1-84 Жарма. Үлгілерді қабылдау және іріктеу әдістері. Органолептиканы анықтау әдісі.

ГОСТ 26313-84 Жемістер мен көкөністерді өңдеу өнімдері. Үлгілерді қабылдау ережесі және іріктеу әдістері.

ГОСТ 26929-94 Тамақ өнімдері мен шикізат. Уытты элементтердің мөлшерін анықтауға арналған минералдау сынамаларын дайындау.

ГОСТ 27668-88 Ұн және кебек. Сынамаларды қабылдау және іріктеу әдістері

ГОСТ 28311-89 Зертханалық дозаторлар. Жалпы техникалық талаптар мен сынау әдістері.

ГОСТ 29169-91 Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгісі бар тамшуырлар.

ГОСТ 29227-91 Зертханалық шыны ыдыс. Градуирленген тамшуырлар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ 29251-91 Зертханалық шыны ыдыс. Сынауықтар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ 30364.0-97 Арпа өнімдері. Сынамаларды іріктеу әдістері және органолептиканы анықтау.

ГОСТ 31339-2006 Балық. Балықтық емес объектілер және олардан жасалған өнімдер. Сынамаларды қабылдау ережесі және іріктеу әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6 Өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен анықтығы). 6-бөлім.

ГОСТ Р 53150-2008 Тамақ өнімдері. Қалдық элементтерін анықтау. Жоғары қысымда минералдау әдісімен сынамаларды дайындау.

СанЕжН 168 от 25.01.2012 ж. «Қалалық және елді мекен жерлердегі атмосфералық ауаға, топырақтарда және адамға әсер ететін физикалық фактор көздері бар жұмыс шарттарына, қалалық және ауылдық елді мекен жер аумақтарының қауіпсіздігіне қойылатын санитарлық – эпидемиологиялық талаптар» санитарлық ережелері (Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2012 жылғы 25 қаңтардағы қаулысымен бекітілген).

ЕСКЕРТПЕ. Осы стандарты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Қазақстан Республикасы стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттардың көрсеткіші», «Стандарттау бойынша мемлекетаралық нормативтік құжаттар көрсеткіші» жыл сайын жарық көретін ақпараттық көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарияланған тиісті ай сайын жарық көретін ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың қолданылуын тексеру керек. Егер сілтеме құжат ауыстырылған (өзгертілген) жағдайда, онда сілтеме берілген ережеде осы сілтеме жатпайтын бөлігінде қолданылады. Егер сілтеме құжат ауыстырылмай алынып тасталған жағдайда, онда сілтеме берілген ережеде осы сілтеме жатпайтын бөлігінде қолданылады.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта [1] және ҚР СТ 2.1 сәйкес терминдер қолданылады.

4 Әдістің мәні

Элементтің массалық үлесін өлшеу әдісі атомдық-абсорбциялық әдісті пайдалану арқылы электр-термиялық атомдау әдісімен алынған минералдауда кейіннен градуирлеу және олардың үлестік шоғырлануын өлшеумен тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат, құрастырылған жемдер мен үш әдістің біреуімен (құрғақ күлдендіру, ылғал минералдау, жоғары қысымда минералдау) құрастырылған шикізат сынамаларын минералдауға негізделген.

Сынапты өлшеу алдында оның қосылыстары қалайы хлоридінің ерітіндісімен қалпына келтіріледі және спектрометрдің дайындалған графиттік кюветасын инертті газ тогымен жылжытады.

5 Өлшеу қателігінің алдын ала жазылған сипаттамалары

Осы стандарт 2-кестеде келтірілген өлшеу дәлдігі көрсеткішінің мәндерінен аспайтын қателігі бар нәтижелерді алуға қамтамасыз етеді.

2-кесте. Өлшеу дәлдігі көрсеткіштерінің мәндері

Өлшеу ауқымы, мг/кг (млн $^{-1}$)	Өлшеу дәлдігі көрсеткіші (P=0,95 ықтимал дәлдігі үшін салыстырмалы қателік шектері , ± δ, %)
Кадмий	
0,01 бастап 1 дейін қоса алғанда	26
Қорғасын	
0,05 бастап 0,2 дейін қоса алғанда	40
0,2 бастап 10 дейін қоса алғанда	26
Күшән	
0,05 бастап 10 дейін қоса алғанда	26
Сынап, ылғал минералдау	
0,0025 бастап 0.005 дейін қоса	36
0,005 бастап 1 дейін қоса алғанда	26
Сынап, жиілігі өте жоғары (ЖӨЖ) - минералдау	
0,005 бастап 0.02 дейін қоса алғанда	40
0,02 бастап 1 дейін қоса алғанда	26
Хром	
0,005 бастап 0.02 дейін қоса алғанда	40
0,02 бастап 1 дейін қоса алғанда	26

Қажет болған жағдайда өлшеу ауқымдары сынамаларды қосымша сұйылту есебінен үлкен мәндер жағына сияқты, сынама аспасын үлкейту және бос сынама шамасын түсіру есебінен де кіші мәндер жағына да кеңейтілуі мүмкін.

Осы жағдайда пайдаланушы 2-кестеде келтірілген метрологиялық сипаттамалардың алынған нәтижелерінің сәйкестігін растауға тиіс.

6 Өлшеу құралдары мен қосалқы құрылғылар, материалдар, реактивтер

Өлшеу әдісін орындау кезінде өлшеу құралдары, реактивтер, материалдар және басқа да қосалқы құрылғылар қолданылады.

6.1 Өлшеу құралдары мен қосалқы құрылғылар

Бөлу бағамы 0,1 мг және Өлшеудің ең жоғары шегі 210 г болатын дәлдік класы жоғары немесе арнайы зертханалық таразылар ГОСТ 24104 бойынша.

F1 класты, максималды номиналды массасы 1 г бастап 100 г дейін болатын Г-2-210 гир жиынтығы. 190 нм бастап 600 н дейін толқын ұзындығы аймағында жұмыс істейтін электр термикалық атомдалатын атомды-абсорбциялық спектрометр, мысалы, кадмий, қорғасын, күшән, сынап, хромды және арнайы жабдықталған программалық қамтамасыз етумен анықтау үшін спектралды шаммен жинақталған селективті емес сіңірудің Зееман түзетуі.

Өлшегіш құтылар 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 ГОСТ 1770 бойынша.

Метрологиялық сипаттамасы бар бір арналы айнымалы көлемі 10-100 мм^3 және 1000-5000 мм^3 тамшуыр дозаторлары ГОСТ 28311 бойынша.

Граудирленген тамшуырлар 1(2,3)-1(2)-2-1(2,5,10) ГОСТ 29227 бойынша.

Бір белгілі тамшуырлар 1(2)-2-5(10) ГОСТ 29169 бойынша

Сыйымдылығы 10 мл болатын сынауықтар ГОСТ 29251 бойынша.

Сыйымдылығы 50 мл немесе 100 мл болатын өлшегіш цилиндрлер ГОСТ 1770 бойынша.

Анықталатын иондардың ертінді құрамының мемлекетаралық стандарттық үлгілері (аттестатталған мәнінің қателігі ± 1 %), МСО 1755:2012 (қорғасын), МСУ 1753:2012 (кадмий), МСУ 0095:1999 (күшән, хром), МСУ 0364-2002 (сынап).

Ионсыздандырылған суды алуға арналған қондырғы немесе бидистиллятор немесе белгіленген тәртіппен бекітілген нормативтік құжат бойынша электр өткізгіштігі 0,20 мкS/см^3 артық емес қамтамасыз ететін тазартылған суды айдауға арналған (кварц немесе шыны) құрал.

Сыйымдылығы 50; 100; 250 және 500 см^3 болатын термотөзімді зертханалық стақан ГОСТ 25336 бойынша.

Сыйымдылығы 100; 250; 500; 1000 см^3 болатын термотөзімді конус тәрізді құтылар ГОСТ 25336 бойынша.

Тұрмыстық электроплитка ГОСТ 14919 бойынша.

Зертханалық құйғылар ГОСТ 25336 бойынша.

Сыйымдылығы 50; 100; 250 см^3 болатын кварц тостағандар ГОСТ 19908 бойынша.

Фарфор тигльдер (№ 2-4) ГОСТ 9147 бойынша.

2-100-29, 2-250-29 Кьельдаль құты ГОСТ 25336 бойынша.

«көк таспа» күлсіздендірілген сүзгіштер ГОСТ 12026 бойынша

Саңылау тесігі 0,45 – 0,55 мкм болатын мембраналық сүзгіштер.

Сынаманың ыдырауын қамтамасыз ететін жүйе: микротолқынды пеш немесе белгіленген тәртіппен бекітілген нормативтік құжат бойынша параметрлері бар СВЧ.

Қателігі ± 25 °С болатын 150 °С бастап 600 °С дейінгі температуралық режимнің ұсталуын қамтамасыз ететін муфталық пеш немесе кедергі электр пеші.

Белгіленген тәртіппен бекітілген нормативтік құжат бойынша РГП-915 сынап – гидридты қондырма (сынапты анықтау үшін).

Метрологиялық сипаттамалары ұқсас немесе одан артық басқа типті өлшеу құралдары мен стандарттық үлгілерін қолдануға рұқсат етіледі.

Пайдаланылатын өлшеу құралдары ҚР СТ 2.21 сәйкес типін бекіту мақсаттары үшін сынақ нәтижелері бойынша немесе ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттау Қазақстан Республикасында қолдануға рұқсат етіледі және ҚР СТ 2.4 сәйкес салыстырып тексерілуге тиіс.

Шет елдердің стандарттық үлгілері ҚР СТ 2.79 стандартына сәйкес Қазақстан Республикасының аумағында қолдануға рұқсат етілуге тиіс.

Сынап және күшәнді анықтау үшін қосымша мыналар қажет:

Сыйымдылығы 500 см^3 болатын түбі дөңгелек құтылар КГУ-2-1 -500-29/32 ТС ГОСТ 25336 бойынша

ХШ-1 кері сулы тоңазытқыш ГОСТ 25336 бойынша.

Өлшемдерді орындауға химиялық ыдысты дайындау тәртібі А қосымшасында көрсетілген.

Дәлдігі қажет етілетін өлшемдердің өткізілуін қамтамасыз ететін басқа да өлшеу құралдары мен қосалқы жабдықты қолдануға рұқсат етіледі.

6.2 Реактивтер

Осы стандартта белгіленген сынақ әдісі үшін тазалық дәрежесі белгіленген реактивтер ғана қолданылады:

- ГОСТ 6709 талаптарына сәйкес келетін тазартылған немесе ионсыздандырылған су ГОСТ 6709 бойынша;
- азот қышқылы, ГОСТ 11125 бойынша;
- тұз қышқылы, ГОСТ 14261 бойынша;
- күкірт қышқылы, ГОСТ 4204 бойынша;

- сутек тотығы, (30 %) ГОСТ 177 бойынша;
- палладий нитраты, т.ұ.т. ГОСТ 14836 бойынша;
- магний нитраты, т.ұ.т. ГОСТ 11088 бойынша;
- аммоний дигидрофосфаты (фосфаттық модификатор) х.т. ГОСТ 3772 бойынша.

Сынапты анықтау үшін қосымша мыналар қажет:

- калий бихроматы, х.т. ГОСТ 4220 бойынша;
- күкірт қышқылы, х.т. ГОСТ 14262 бойынша;
- қалайы хлориді (II) 2-сулы, т.ұ.т. белгіленген тәртіппен бекітілген нормативтік құжат бойынша;
- гексахлорплатин қышқылы, белгіленген тәртіппен бекітілген нормативтік құжат бойынша;

7 Қауіпсіздік талаптары

Өлшеуді орындау кезінде ГОСТ 12.1.007 бойынша химиялық реактивтермен жұмыс кезінде қауіпсіздік техникасы талаптары, ГОСТ 12.1.019 бойынша электр қондырғыларымен бірге жұмыс кезінде электр қауіпсіздігі талаптары, сондай-ақ атомды – абсорбциялық спектрометрге арналған нормативтік құжатта көрсетілген талаптар сақталуы керек.

Ғимарат ГОСТ 12.1.004 бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес келуге ГОСТ 12.4.009 бойынша өрт сөндіру құралдары болуға тиіс. Ауадағы зиянды заттардың мөлшері «Қалалық және елді мекен жерлердегі атмосфералық ауаға, топырақтарда және адамға әсер ететін физикалық фактор көздері бар жұмыс шарттарына, қалалық және ауылдық елді мекен жер аумақтарының қауіпсіздігіне қойылатын санитарлық – эпидемиологиялық талаптар» санитарлық ережелерінде көрсетілген рұқсат етілген мәндерден аспауға тиіс.

Сынаптың массалық үлесін өлшеуді орындау кезіндегі қауіпсіздік талаптары және құрамында сынабы бар ерітінділерді кәдеге асыру Қазақстан Республикасында қолданылатын нормативтік құжатқа сәйкес.

8 Оператор біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшеуді орындауға және олардың нәтижелерін өңдеуге жаттығу процесіне талдау әдістерін игерген тиісті нұсқаулықтан өткен және оң нәтижелі өлшеу дәлдігін бақылау процедурасынан өткен, химия зертханасында жұмыс тәжірибесі және жоғары немесе арнайы орта химиялық білімі бар маман жіберіледі

9 Өлшемдерді орындау шарттары

Өлшемдер мына жағдайларда орындалады:

- қоршаған ауа температурасы (20 ± 5) °С;
- ауаның салыстырмалы ылғалдығы 40 % бастап 80 % дейін;
- атмосфералық қысым (84,0 – 106,7) мм рт.ст.;
- қуаттандыру кернеуі 220 В (± 10 %);
- жарықтандыру 300 люкс кем емес.

10 Градуирлеу қисығын салу

Градуирлеу қисығы өлшемдер өткізгенге дейін кемінде 24 сағат 10.1 – 10.2 тармақтар бойынша құрылады.

10.1 Ерітінділерді дайындау

Барлық ерітінділер тазартылған (йонсыздандырылған) суды пайдалану арқылы дайындалады. Су сапасын тексеру 11.6.2 бойынша өткізіледі.

10.1.1 Көлемдік үлесі 0,3 % болатын азот қышқылы ерітіндісін дайындау

Конус тәрізді құтыға 300 $см^3$ немесе 400 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құяды, араластыру кезінде 3 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылымен 1000 $см^3$ дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) жеткізіп араластырады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі шектелмеген.

Әрбір пайдалану алдында 11.6.2 бойынша ерітінді сапасы тексеріледі.

10.1.2 Көлемдік үлесі 25 % болатын тұз қышқылы ерітіндісін дайындау

Конус тәрізді құтыға 750 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құйылады, араластыру 250 $см^3$ концентрацияланған тұз қышқылы құйылып араластырылады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі шектелмеген.

10.1.3 Үлестік шоғырлануы 0,5 г/$дм^3$ болатын палладий нитраты ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға 1,25 $см^3$ бастапқы реактив ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 г/$дм^3$) құйылады және белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі – 6 ай.

10.1.4 Аралас фосфат -магний модификатор ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға 1,25 $см^3$ аммоний дигидрофосфаты ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 100 г/$дм^3$) құйылады және 1,25 $см^3$ магний нитраты бастапқы ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 г/$дм^3$) құйылып, белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі – 6 ай.

10.1.5 Аралас палладий -магний модификатор ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға 1,25 $см^3$ палладий нитраты бастапқы ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 г/$дм^3$) және 1,25 $см^3$ магний нитраты бастапқы ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 г/$дм^3$) құйылып, белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі – 6 ай.

10.1.6 Көлемдік қатынасы 1:1 болатын азот қышқылы азот қышқылы ерітіндісін дайындау

К 100 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) суды араластыру кезінде концентрацияланған азот қышқылының бірдей көлемі құйылады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі шектелмеген.

10.1.7 Үлестік шоғырлануы 100 мг/$дм^3$ болатын элементтер ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға тамшуыр көмегімен тиісті ион ерітіндісі құрамының 5 $см^3$ ГСҮ құйылып, 10.1.1 бойынша көлемдік үлесі 0,3 % болатын азот қышқылы ерітіндісімен белгіге дейін апарып араластырады.

Ерітінді полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста 3 ай бойы сақтау кезінде тұрақты.

Ескертпе. Күшәнді қолдану кезінде осы концентрация ерітіндісі дайындамайды, өйткені, үлестік шоғырлануы 0,1 мг/$см^3$ (100 мг/$дм^3$) күшән ерітіндісінің ГСҮ құрамы ерітіндісі пайдаланылады.

Бұдан әрі үлестік шоғырлануы 100 мг/$дм^3$ болатын жұмыс ерітіндісінің тізбекті сұйылту арқылы (бірақ әрбір қадамда 100 еседен артық емес) 4-кестеде көрсетілген элементтің градуирлеу ерітіндісі дайындалады.

Сұйылту алгоритмі, сондай-ақ фондық ерітінділері мен әр түрлі массалық концентрация ерітінділерін сақтау мерзімі Б қосымшасында келтірілген.

10.2 Сынапты анықтау үшін қосымша мыналар қажет:

10.2.1 Массалық үлесі 4 % болатын калий бихромат ерітіндісін дайындау

4 г калий бихроматы аспасын 96 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен ерітеді. Тығынмен тығындалған күңгірт шынынан жасалған ыдыста сақтау мерзімі - 3 ай.

10.2.2 Сұйылту ерітіндісін дайындау

Термотөзімді шынынан жасалған стақанға 500 $см^3$ - 600 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құйылады және 50 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы мұқият құйылады. Содан кейін 10.2.1 бойынша 5 $см^3$ калий бихроматы ерітіндісі қосылады және көлемі 1000 $см^3$ дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді. Тығынмен тығындалған күңгірт шынынан жасалған ыдыста сақтау мерзімі - 3 ай.

10.2.3 Массалық үлесі 30 % болатын күкірт қышқылы ерітіндісін дайындау

Термотөзімді стақанға 100 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құйылып мұқият араластырылады және 60 $см^3$ концентрацияланған күкірт қышқылы (d =1,83 г/$см^3$), қосылады, салқындаған соң 200 $см^3$ дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен сұйылтады. Сақтау мерзімі шектелмеген.

10.2.4 Гексахлорплатина қышқылы ерітіндісін дайындау

1 г гексахлорплатина қышқылы аспасын 100 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен ерітеді. Тығынмен тығындалған күңгірт шынынан жасалған ыдыста сақтау мерзімі - 12 ай.

10.2.5 Үлестік шоғырлануы 10 мг/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 200 $см^3$ өлшегіш құтыға 10.2.2 бойынша шамамен 30 $см^3$ сұйылту ерітіндісі құйылады, үлестік шоғырлануы 1 г/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісі құрамының 2,0 $см^3$ ГСҮ енгізеді, белгіге дейін сұйылту ерітіндімен жеткізіп, мұқият араластырылады. Тоңазытқыштағы сақтау мерзімі - 6 айдан артық емес.

10.2.6 Үлестік шоғырлануы 100 мкг/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 10 мг/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Тоңазытқышта сақтау мерзімі – 3 айдан артық емес.

10.2.7 Үлестік шоғырлануы 2 мкг/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 100 мг/$дм^3$ болатын 2,0 $см^3$ сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Тоңазытқышта сақтау мерзімі – 10 айдан артық емес.

10.2.8 Үлестік шоғырлануы 1 мкг/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 100 мкг/$дм^3$ болатын 1,0 $см^3$ сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Тоңазытқышта сақтау мерзімі – 10 айдан артық емес.

10.2.9 Үлестік шоғырлануы 0,5 мкг/$дм^3$ болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 2 мкг/$дм^3$ болатын 25 $см^3$ сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Ерітінді пайдалану күніне дайындалады.

11 Өлшемдерді орындауға дайындау

Өлшемдерді орындауға дайындау кезінде мынадай жұмыстар өткізілуге тиіс: спектрометрді жұмысқа дайындау, екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су сапасын тексеру, спектрометрді градуирлеу, сынамаларды іріктеу және талдауға дайындау.

11.1 Сынамаларды іріктеу

Тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат, құрастырылған жемдер мен құрастырылған шикізаттардың зертханалық сынамаларын іріктеу өнімнің нақты түріне арналған нормативтік құжаттамаға сәйкес өткізіледі, мысалы астық және олардан өңделген өнімдері сынамаларын іріктеу ГОСТ 13586.3 және ГОСТ 27668, жарма ГОСТ 26312.1 бойынша, ұннан пісірілген өнімдер ГОСТ 5667 бойынша, шұжық өнімдері және шошқа, қой, сиыр және союға арналған мал мен құс етінен жасалған өнімдер ГОСТ 9792 бойынша, құс еті ГОСТ 7702.0 бойынша, балық және балық өнімдері, балықтық емес объектілері ГОСТ 31339 бойынша, жеміс – көкөніс өнімдері ГОСТ 26313 бойынша, арпа-кебек өнімдері ГОСТ 30364.0 бойынша, құрастырылған жемдер мен оларды өндіретін шикізат ГОСТ 13496.0 бойынша өндіріледі.

11.2 Қорғасын, кадмий, хром мөлшерін анықтауға арналған сынамаларды дайындау

Егер сынама құрамы белгісіз жағдайда, минералдаудың барлық тәсілдері үшін тиісті тәсілге арналған максималды аспаны алу керек. Сынамаларды құрғақтай минералдау тәсілімен толық минералдау болмайтын жағдайда (мысалы, ерімейтін қышқылда қалдықтар туындайды) 11.2.2 бойынша ылғал минералдау пайдаланылады немесе 11.2.3 бойынша жоғары қысым кезінде минералданады.

11.2.1 Құрғақ минералдау

Құрғақ минералдау тәсілі шикізаттар мен өнімдердің барлық түрлері үшін қолданылады.

Фарфор тигельге немесе кварц тигельге (тостағанға) 0,5 г - 2 г өнім аспасы салынады және ГОСТ 26929 сәйкес минералдау өткізіледі. Алынған күл 10.1.6 бойынша 1 $см^3$ азот қышқылы (1:1) ерітіндісімен ерітіледі және ылғал тұзға дейін буланады және 10.1.1 бойынша сыйымдылығы 25 $см^3$ - 100 $см^3$ өлшегіш құтыға массалық үлесі 0,3 % болатын азот қышқылы ерітіндісі құйылады. Белгіге дейін сол қышқыл ерітіндісімен жеткізіп араластырылады.

11.2.2 Ылғал минералдау

Массасы 0,5 г – 1 г болатын сынама аспасы Кьельдаль құтына құйылады және ГОСТ 26929 бойынша органикалық заттардың бұзылуы өткізіледі. Кьельдаль құты орналасқан аспаға 10 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы қосылады және кемінде 15 мин ұсталады. Содан соң құты ішіндегі сұйық 3 $см^3$ - 5 $см^3$ дейін буландырылып, құты қыздырғышта қыздырылады. Осыдан кейін 1 $см^3$ порция бойынша 15 $см^3$ 30 %-дық сутек тотығы мұқият құйылады және 3 $см^3$ - 5 $см^3$ дейін тағы да буландырады.

Толық минералданған сынама деп құрамында ерімеген бөлшектері жоқ, тұнық түссіз сұйықты білдіреді (болымсыз ақшыл – сары бояулар рұқсат етіледі).

Жартылай минералданған жағдайда таңдалған аспа массасын азайтуға немесе ыдырау кезінде пайдаланылатын реактивтер мөлшерін арттыру ұсынылады.

Ылғал минералдау тәсілімен алынған ерітінді сыйымдылығы 25 $см^3$-100 $см^3$өлшегіш құтыға Кьельдаль құты қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

11.2.3 Жоғары қысым кезінде минералдау

Жоғары қысым кезінде минералдау әдісімен сынамаларды дайындау ГОСТ Р 53150 сәйкес өткізіледі. ГОСТ Р 53150 бойынша қысым астында минералдауға арналған кез келген құрал пайдаланылады, мысалы СВЧ-минерализатор немесе микротолқынды қыздыру тәсілімен микротолқынды жүйесі. Жұмыс тәртібі осы құралдарды пайдалану арқылы минералдау өткізу бойынша пайдалану бойынша нормативтік құжатта және әдістемелік нұсқаулықта көрсетілген. Сынақ аспасы 0,5 г бастап 1 г дейін, концентрацияланған азот қышқылын көлемі 10 $см^3$-15 $см^3$ құрайды.

Алынған минерализат сынама минералдауы екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) сумен өткізілген фторопластикалық стақан қабырғасын шая отырып, сыйымдылығы 25 $см^3$ - 50 $см^3$ өлшегіш құтыға құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

11.3 Сынап мөлшерін анықтау үшін сынамаларды дайындау

11.3.1 Ылғал минералдау

Массасы 0,1 г - 2,0 г болатын сынама аспасы тегістелген түбі дөңгелек термотөзімді құтыға құйылады, 10 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы (егер қышқыл сынамамен қарқынды сіңіретін жағдайда, 1 $см^3$ бастап 5 $см^3$ дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен және оны 10 – 20 мин қалдырады. Құтыны кері тоңазытқышпен жабылады, тоңазытқыш жейдесі арқылы су тогын қосады және ыдыраудың бірінші сатысында қатты реакциядан қаша отырып, қоспаны мұқият қыздырады. Содан соң қоспаны құйғанға дейін жеткізе отырып, қыздыру қарқындылығы арттырады. Кезеңнің бағыттау ұзақтығы 30 мин бастап 40 мин дейін. Кері тоңазытқыш арқылы реакциялық қоспаға азот оксидін қатты бөлуді тоқтаған соң 5 $см^3$ концентрацияланған азот және күкірт қышқылы мұқият қосылады. Қарқынды қайнату арқылы қыздыруды арттырады. 30 мин бастап 40 мин дейін ұсталады.

Тоңазытқыш жейдесіне 2 -3 мин басу арқылы су тогы жабылады, сынама бояуы жоғалғанға дейін 2 – 3 мин аралығымен 2 $см^3$ порциямен кері тоңазытқыш арқылы сутек тотығы реакциясына енгізеді (10 $см^3$ - 30 $см^3$ қажет етіледі).

Толық минералданған сынама деп құрамында ерімеген бөлшектері жоқ, тұнық түссіз сұйықты білдіреді (болымсыз ақшыл – сары бояулар рұқсат етіледі). Жартылай минералданған жағдайда таңдалған аспа массасын азайтуға немесе ыдырау кезінде пайдаланылатын реактивтер мөлшерін арттыру ұсынылады.

Осы жағдайда реактивтердің жиынтық көлемі минерализат құйылған құты көлемінен аспауға тиіс, себебі сынаманы дайындау процесінде қоспа көлемі азайтылмайды.

Бұдан әрі кері тоңазытқыш арқылы аздаған екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су қосылады және реакциялық қоспаны тағы да 5 мин қайнатады, одан кейін салқындатып, кері тоңазытқыш алынады және 10.2.1 бойынша 2 $см^3$ калий бихромат ерітіндісі қосылады.

Алынған ерітінді сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға түбі дөңгелек құты қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады. Сынаманы 48 сағат бойы талдау керек.

Ескертпе. Калий дихроматы бояуын минерализатқа қосу кезінде жылдам бұзылу сынамада ыдырамаған сутек тотығының болуы немесе органикалық матрицаны толық емес минералдау туралы куәландыра алады, екеуі де қолжетімсіз. Осы жағдайда сынаманың минералдауын қайталау керек.

11.3.2 Жоғары қысымда минералдау

Жоғары қысымда минералдау әдісімен сынамаларды дайындау ГОСТ Р 53150 стандартына сәйкес өткізіледі.

ГОСТ Р 53150 бойынша қысым астында минералдауға арналған кез келген құрал пайдаланылады, мысалы СВЧ-минерализатор немесе микротолқынды қыздыру тәсілімен микротолқынды жүйесі. Жұмыс тәртібі осы құралдарды пайдалану арқылы минералдау өткізу бойынша пайдалану бойынша нормативтік құжатта және әдістемелік нұсқаулықта көрсетілген.

Массасы 0,1 г сынақ аспасы сынама дайындауға арналған фторопласт стақанға салады, 5 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы қосады және 0,8 МПа қысым астында 20 мин бойы ыдырау процесі өткізіледі. Жабық жүйедегі қысым 0,2 МПа дейін түскен соң, оны лақтырады. Осындай процедура сынап шығынын болдырмауға мүмкіндік береді.

Алынған ерітінді сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға фторопласт стакан қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады. 2 $см^3$ калий бихроматы ерітіндісі 10.2.1 бойынша құйылып, белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

11.4 Күшәннің мөлшерін анықтауға арналған сынамаларды дайындау (ылғал минералдау)

Массасы 0,1 г - 2,0 г сынақ аспасы түбі дөңгелек термотөзімді құтыға құйылады, 10 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы енгізіледі және оны 10 – 20 мин қалдырады.

Құтыны кері тоңазытқышпен жабады, тоңазытқыш жейдесі арқылы су тогын қосады және ыдыраудың бірінші сатысында қатты реакциядан қаша отырып, қоспаны мұқият қыздырады. Содан соң қоспаны құйғанға дейін жеткізе отырып, қыздыру қарқындылығы арттырады. Кезеңнің бағыттау ұзақтығы 30 мин бастап 40 мин дейін. Кері тоңазытқыш арқылы реакциялық қоспаға азот оксидін қатты бөлуді тоқтаған соң 5 $см^3$ концентрацияланған азот және күкірт қышқылы мұқият қосылады. Қарқынды қайнату арқылы қыздыруды арттырады. 30 мин бастап 40 мин дейін ұсталады.

Тоңазытқыш жейдесіне 2 -3 мин басу арқылы су тогы жабылады, сынама бояуы жоғалғанға дейін 2 – 3 мин аралығымен 1 $см^3$ - 2 $см^3$ порциямен кері тоңазытқыш арқылы сутек тотығы реакциясына енгізеді (5 $см^3$ - 10 $см^3$ қажет етіледі).

Толық минералданған сынама деп құрамында ерімеген бөлшектері жоқ, тұнық түссіз сұйықты білдіреді (болымсыз ақшыл – сары бояулар рұқсат етіледі). Жартылай минералданған жағдайда таңдалған аспа массасын азайтуға немесе ыдырау кезінде пайдаланылатын реактивтер мөлшерін арттыру ұсынылады.

Осы жағдайда реактивтердің жиынтық көлемі минерализат құйылған құты көлемінен аспауға тиіс, себебі сынаманы дайындау процесінде қоспа көлемі азайтылмайды.

Бұдан әрі кері тоңазытқыш арқылы аздаған екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су қосылады және реакциялық қоспаны тағы да 5 мин қайнатады, одан кейін салқындатады.

Алынған ерітінді сыйымдылығы 25 $см^3$-100 $см^3$ өлшегіш құтыға түбі дөңгелек құты қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

Ескертпе. Қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес тамақ өнімдері мен құрастырылған жем элементтерін анықтау үшін минералдаудың басқа да әдістерін пайдалануға болады, алайда осы жағдайда пайдаланушы метрологиялық сипаттаманың бағалауын өздігінен өткізуге тиіс.

11.5 Бос сынаманы дайындау

Бос сынама сынамаларды талдау кезінде сол реактивтерді, сол мөлшерде пайдалана отырып, талданатын объектінің аспасыз, жұмыс сынамаларының әрбір топтамасымен бірге бір уақытта дайындалып талданады.

Ескертпе. Бос сынама сигналының шамасы ерітіндідегі элементтердің төменгі концентрация аумағында өлшемдерді өткізу мүмкіндігін анықтайтынын ескеру керек. Бос сынаманы ластанудың негізгі себебі сынаманы дайындау кезінде пайдаланылатын қышқыл болып табылады.

11.6 Элементтерді тура анықтау кезінде спектрометрді градуирлеу

11.6.1 «Бос атомдау» өткізу

Спектрометрді градуирлеуге кірісе отырып, сондай-ақ сынамадағы белгілі бір элементтің мөлшерін өлшеу алдында «бос атомдау» өткізу керек, яғни атомизатордың графиттік кюветасына сынаманы өткізбей 3-кесте бойынша өлшемдердің таңдалған параметрлерінде атомдаудың барлық процедурасын іске асыру керек.

Элементпен анықталатын кюветаның ластауы жоқтығына көзіне жеткізу керек және ластау болатын жағдайда күйдіру арқылы жою керек. «Бос» атомдауды аналитикалық сигналдың мәні 0,01 төмен түскенге дейін өткізеді.

11.6.2 Сапаны бақылау екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен және азот қышқылы ерітіндісімен өткізеді. Жұмыс бастар алдында 10.1.1 бойынша екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен және азот қышқылы ерітіндісімен сапасы тексеріледі. Ол үшін граудирлеу сипаттамасы үшін белгіленгендер бойынша 12-бөлімге сәйкес анықталған элементтің үлестік шоғырлануы өлшенеді.

Егер 40 мм^3 енгізу кезінде элементтің үлестік шоғырлануының өлшенген мәні градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануы мәнінің 4-кестеде ұсынылатын мәндердің 5 % аспайтын жағдайда, су сапасы (азот қышқылы ерітіндісі) қанағатты боп танылады. Егер градуирлеу сипаттамасы зертханадағы осы элементтер үшін белгіленбеген жағдайда, онда дайындаушы – зауытта белгіленген градуирлеу сипаттамасы пайдаланылады.

Градуирлеу сипаттамасы болмаған жағдайда судың бірдей көлемінен (азот қышқылы ерітіндісі) және 0,05 аспауға тиіс градуирлеу ерітіндісі (мысалы, 20 мм^3) аналитикалық сигналдар қатынасы табылады.

11.6.3 Спектрометрдің градуирлеуі

Сынамаларды гардуирлеу кезінде және талдау кезінде әрбір элемент үшін атомдау процесінің әр түрлі сатысын өткізетін ұсынылатын параметрлері 3- кестеде келтірілген.

3-кесте. Талдауды өткізу шарттары

Элемент	Толқын ұзындығы, нм	Кептіру		1-пиролиз		2-пиролиз		Атомдау		Тазалау	
		Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура,	Уақыт, с	Температура, °с	Уақыт, с	Температура,
Cd*	228,8	40	120	20-30	600	**	**	1.5	1300	2,0	1500
Pb*	283,3	40	120	20-30	650	20	1450	1.5	2400	2.0	2700
As*	193,7	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2750	2,0	2800
Cr	357,9	40	120	20-30	600	20	1500	1.5	2550	2,0	2700
Sn*	286,3	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2650	2.0	2750

* модификаторды пайдаланып анықтау (5-кесте).

** 2-пиролиз қажет болған жағдайда өткізіледі (егер 12.1 бойынша өткізілетін нәтижелердің анықтығы расталмайды).

Спектрометрдің градуирлеу сипаттамасы элемент концентрациясынан аналитикалық сигнал байланысын білдіреді.

11.7.1 бойынша дайындалған атомизатордың графиттік кюветасына Б қосымшасына сәйкес дайындалған тиісті элементтің 10; 20; 40 мм^3 градуирлеу ерітіндісінің автосемплер көмегімен немесе тікелей дозатормен енгізіледі.

Әрбір элемент үшін градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануының ұсынылатын мәндері 4-кестеде көрсетілген.

4-кесте. Градуирлеу сипаттамасын құруға арналған ерітіндісінің үлестік шоғырлануының ұсынылатын мәндері

Элемент	Градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануы, мкг/дм^3
Cd	1
Cr	5
As, Pb	10
Sn	20

Хромнан басқа барлық элементтер үшін градуирлеу сипаттамасы модификаторды пайдалану арқылы құрылады. 5-кестеде пайдаланылатын модификаторлар мен олармен жұмыс істеу тәсілдері келтірілген.

Сынамаларды талдау кезінде градуирлеуді өткізу кезінде пайдаланылатын модификатор енгізіледі.

5-кесте. Модификаторды енгізу

Элемент	Модификатор	Көлемі, мм^3	Енгізу тәсілі
Cd	$Pd(N0_3)_2$ 10.1.3 бойынша	10	1,2
Pb	$Mg(N0_3)_2$+$NH_4H_2P0_4$ 10.1.4 бойынша	10	1,2
Sn	$Pd(N0_3)_2$+$Mg(N0_3)_2$ 10.1.5 бойынша	10	1,2
As	$Pd(N0_3)_2$ 10.1.3 бойынша	10	1,2
1-тәсіл. Модификаторды тізбектеп және сынаманы тікелей кюветаға енгізу (сынама мен модификатордың жиынтық көлемі 50 мм^3 аспауға тиіс). 2-тәсіл. Модификаторды градуирлеу ерітіндісіне/сынаманы енгізу. 1 см^3 градуирлеу ерітіндісіне/сынамаға 20 мм^3 модификатор ерітіндісін қосады, сосын спектрометрдің графиттік кюветасында дозаланады.			

Градуирлеу ерітіндісінің ұсынылатын көлемінің әрқайсысы бес реттен графиттік кюветаға енгізіледі және спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалану арқылы, аналитикалық сигнал шамасы өлшенеді.

Содан соң барлық енгізулер үшін сигналдың орташа арифметикалық мәні және 6 % аспауға тиіс оның орташа квадраттық ауытқуы (ОКА) есептеледі.

Егер осы шарт сақталмаса, онда тұрақсыздық себебін тауып жою керек және градуирлеу ерітіндісін қайта енгізу керек.

Нөлдік нүктенің аналитикалық сигнал ретінде (нөлге тең тиісті элементтің массасы) күйдірілгендерден графиттік кюветаның 11.6.1 бойынша сигнал алынады.

Нөлдік нүкте үшін ОКА мәнін тексеру өткізілмейді.

Графиттік кюветаға енгізілген элемент массасы мына формула бойынша есептеледі, (M, пг):

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

мұндағы C- градуирлеу ерітіндісінің массалық концентрациясы, мкг/дм^3;

V – кюветаға енгізілген градуирлеу ерітіндісінің көлемі, мм^3.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып градуирлеу сипаттамасы белгіленеді.

11.6.4 Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру

Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру оны салғаннан кейін 11.6.3 бойынша тікелей өткізіледі, бұл ретте оны салу кезінде енгізілген модификаторлар енгізіледі. Қабылдағыштығын тексеру өткізу алдында 11.6.1 бойынша графиттік кювета күйдіруін өткізу керек.

Тексеру градуирлеу кезінде пайдаланылатын 15; 20; 25 мм^3 ерітіндісі кезінде анықталатын элементтің үлестік шоғырлануын өлшеуден тұрады. Ерітіндінің таңдалған көлемін кемінде үш рет графиттік кюветаға енгізіледі.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, барлық өлшемдер үшін элементтің үлестік шоғырлануының орташа мәні алынған мәндердің салыстырмалы ОКА есептеледі.

Егер:

- ОКА мәні 6 % артпайтын жағдайда;

- тиісті элементтің үлестік шоғырлануының орташа арифметикалық мәнінің нақты мәнінен ауытқуы (4-кесте) 12 % артпайтын болса, градуирлеу сипаттамасы қабылданбалы деп танылады.

11.6.5 Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау

Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау спектрометрде әрбір жұмыс бастар алдында және әрбір 12 -20 өлшемнен кейін өткізіледі. Бұл ретте градуирлеу сипаттамасын өткізу кезінде енгізілген сол модификатор енгізіледі

Бақылауға арналған үлгі ретінде 4-кестеде келтірілген үлестік шоғырлануы элементінің ерітіндісі пайдаланылады.

Дозаланатын көлемде элементтің массасы градуирлеу сипаттамасы ауқымына сәйкес келетін жағдайда басқа да концентрация ерітінділерін пайдалануға болады.

10 мм^3 бастап 40 мм^3 дейінгі бақылауға арналған үлгі атомизатордың графиттік кюветасын кемінде үш рет енгізіледі және жұмыстың таңдалған режимдеріне сәйкес элементтің үлестік шоғырлануының мәндері өлшенеді (3-кесте).

Егер:

- өлшеу нәтижелерінің ОКА мәні 6 % артпайтын жағдайда;
- тиісті элементтің үлестік шоғырлануының орташа арифметикалық мәнінің нақты мәнінен ауытқуы 15 % артпайтын болса, градуирлеу сипаттамасы тұрақты деп танылады.

Осы жағдайда градуирлеу сипаттамасы сынамаларды бұдан әрі өлшеу үшін пайдаланылуы мүмкін.

Кері жағдайда градуирлеу сипаттамасы тұрақтылығын бұзуға әкелетін (ерітіндіні дайындау кезіндегі қателіктер, графиттік кюветаның жұмыс қабілеттілігі ресурсының бітуі) себептер табылады, олар жойылады және 11.6.2 бойынша спектрометрдің градуирлеуі тағы да өткізіледі.

Тұрақтылығын бақылағаннан кейін алынған нәтижелер күмәнді болып табылады, осы кезеңде өткізілген сынамаларды өлшеу қайталанады.

Ескертпе. Зертхана градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау және қабылдауды тексеру кезінде олардың мәні осы тармақта келтірілген мәндерден артпайтын жағдайда, нормативтің меншікті мәндерін белгілеуге құқылы.

11.7 Сынапты анықтау кезінде спектрометрді градуирлеу

11.7.1 Кюветаны платиналау

Графиттік кюветаға дозатормен 40 мм^3 гексахлорплатина қышқылы ерітіндісі енгізіледі (10.2.4) және атомдау былай өткізіледі.

- кептіру - 120 °С, 40 с;
- 1-пиролиз - 600 °С, 20 с;
- 2-пиролиз- 1500 °С, 3 с;
- атомдау – 2000 °С, 2 с;
- тазалау – 2200 °С, 2 с;
- пауза - 60 с.

Барлық операциялар аргонның үлкен ішкі тогында өткізіледі (0,5 - 1,0 дм^3/мин).

Ерітіндіні енгізу процедурасы және атомдау тағы да төрт рет қайталанады, содан кейін кювета жұмысқа дайын болады.

Платиналау 50 -60 өлшем өткізген соң, сондай—ақ жұмыс процесінде 11.7.4 бойынша градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылаудың кері нәтижелері кезінде қайталанады.

11.7.2 Спектрометрді градуирлеу

Спектрометр пайдалану бойынша нұсқауға сәйкес сынапты – гидридті қондырмасымен бірге жұмысқа дайындалады.

Градуирлеу құрудың ұсынылатын параметрлері 6-кестеде келтірілген.

Реакциялық ыдысқа сынапты –гидридті қондырмалар қалайы хлоридінің 3 см^3 қалпына келтіру ерітіндісін дозатормен енгізіледі, сынап, қалпына келтіру ерітіндісі іздерін жою үшін аргонмен үрленеді (реактив тазалығына байланысты шығыны 0,4-0,6 дм^3/мин, уақыты 10 с бастап 60 с дейін).

Реакциялық ыдысқа 5 $см^3$ градуирлеу сынап ерітіндісі енгізіледі және Пайдалану бойынша нұсқауына сәйкес аналитикалық сигнал өлшенеді.

6-кесте. Сынап және сынаманың граудирлеу ерітінділерін талдаудың ұсынылатын параметрлері

Параметрі	Мәні
Аргон шығыны, $дм^3$/мин	0,4 - 0,6 (40 -60 бірл. Ротаметр шкаласы бойынша)
Пиролиз температурасы, °С	80
Пиролиз ұзақтығы, с	60
Кептіру температурасы, °С	80
Кептіру ұзақтығы, с	20
Атомдау температурасы, °С	1000
Атомдау ұзақтығы, с	3
Тазалау температурасы, °С	1500
Тазалау ұзақтығы, с	2
Тоқтау ұзақтығы, с	30

5 $см^3$ градуирлеу ерітіндісіне сәйкес келетін сынап массасы 7-кестеде келтірілген.

Градуирлеу байланыстылығын құрау кезінде сұйылту ерітіндісін бастау керек, содан соң концентрация өсу ретімен градуирлеу ерітіндісі тізбектеп енгізіледі.

Сынаптың әрбір массасы бес рет өлшенеді және программалық қамтамасыз ету көмегімен және 6 % аспауға тиіс аналитикалық сигналдың алынған мәндерінің орташа арифметикалық мәні салыстырмалы стандарттық ауытқуы есептеледі

Егер осы шарт сақталмаса, онда тұрақсыздық себебін анықтап жойылады және градуирлеу ерітіндісін қайта енгізеді.

7-кесте. Градуирлеу байланыстылығын салуға арналған сынап массасының ұсынылатын мәндері

Градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануы, мкг/$дм^3$	Сынап массасы, пг
Сұйылту ерітіндісі 10.2.2 бойынша	0
0,5	2500
1,0	5000
2,0	10000

Нөлдік нүктелер үшін сұйылту ерітіндісіне сәйкес келетін интегралдық аналитикалық сигнал мәндері пайдаланылады. Нөлдік ерітінділер үшін ОКА мәндерін тексеру өткізілмейді.

Үлестік шоғырлануы 0,5 мкг/$дм^3$ болатын ерітіндіден аналитикалық сигнал мәні сұйылту мәнінен аналитикалық сигнал мәнінен кемінде 20 есе аспауға тиіс.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, сынап массасынан аналитикалық сигналдың градуирлеу байланыстылығы (градуирлеу ерітіндісін тізбектеп енгізуге арналған орташа арифметикалық мәндер) белгіленеді.

11.7.3 Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру

Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру 11.7.2 бойынша оны салғаннан кейін тікелей өткізіледі.

Реакциялық ыдысқа сынапты – гидридті қондырмалар қалайы хлоридінің 3 $см^3$ қалпына келтіру ерітіндісін дозатормен енгізіледі, сынап, қалпына келтіру ерітіндісі іздерін жою үшін аргонмен үрленеді (реактив тазалығына байланысты шығыны 0,4-0,6 $дм^3$/мин, уақыты 10 с бастап 60 с дейін). Реакциялық ыдысқа 10.2.8 бойынша үлестік шоғырлануы 1 мкг/$дм^3$ болатын 3 $см^3$ градуирлеу сынап ерітіндісі енгізіледі және Пайдалану бойынша нұсқауына сәйкес аналитикалық сигнал өлшенеді. Өлшемдер кемінде үш рет өткізіледі.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, барлық өлшемдер үшін элементтің үлестік шоғырлануының орташа мәні алынған мәндердің салыстырмалы ОКА есептеледі.

Егер:

- ОКА мәні 6 % артпайтын жағдайда;

- сынаптың үлестік шоғырлануының орташа арифметикалық мәнінің нақты мәнінен ауытқуы 12 % артпайтын болса, градуирлеу сипаттамасы қабылданбалы деп танылады.

11.7.4 Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау

Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау процедурасы жұмыс бастар алдында және 10 – 12 сынама талдаған соң 10.2.7 - 10.2.9 бойынша дайындалған ерітінділердің біреуінде сынаптың үлестік шоғырлануының кемінде екі параллель өлшеуден тұрады.

11.6.5 тармағында қалыптасқан критерийді пайдалана отырып, градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақыланады.

12 Өлшемдерді орындау

12.1 Дайындалған сынамада элементтердің (сынаптан басқа) үлестік шоғырлануын өлшеу

11.2 немесе 11.4 бойынша дайындалған сынамалар графиттік кюветаны және оның тазалығын бағалаумен міндетті түрде алдын ала күйдірумен 11.6.1 бойынша Спектрометрді пайдалану бойынша нұсқауға сәйкес талданады.

Сынамада нақты элементтің үлестік шоғырлануын анықтау кезінде және градуирлеу кезінде талдау өткізу шарттары (оның ішінде модификаторды енгізу) сәйкес келуге тиіс.

Талдауды сынаманың (10 $мм^3$) минималды ықтимал көлемін кюветаға енгізуден бастау ұсынылады.

Аналитикалық сигналдың алынған шамасына байланысты:

- егер сигнал шамасы кіші болса (бірінші градуирлеу нүктесінің сигнал шамасының жартысынан кіші), онда дозаланатын сынама көлемі артады, бірақ 40 $мм^3$ дейінгі қарағанда артық емес;

- егер нәтиже терезесінде массалық концентрация мәнінің орнына «<> калибр.» немесе «дұрыс емес мәндер», шығатын болса, онда сынама 10 $мм^3$ бастап 40 $мм^3$ дейін дозалау кезінде сұйылтылған сынама сигналы градуирлеу сипаттамасы ауқымының шамамен ортасына сәйкес келетіндей етіп сұйылту арқылы келіп түседі.

Сұйылту коэффициенті мына формула бойынша есептеледі:

$$Q = \frac{V_k}{V_a} \quad , \qquad (2)$$

Мұндағы V_k- сұйылтылған сынама көлемі, $см^3$

V_a – сұйылту үшін алынған бастапқы сынама аликвоттық порциясы, $см^3$.

Дайындалған сынаманың таңдалған көлемі (бастапқы немесе сұйылтылған) кюветаға кемінде үш рет дозаланады және элементтің үлестік шоғырлануы өлшенеді.

Программалық қамтамасыз ету көмегімен алынған нәтижелердің салыстырмалы ОКА және массалық концентрацияның алынған мәндерінің арифметикалық мәні табылады. Алынған нәтижелер, егер салыстырмалы ОКА 6 % аспайтын жағдайда, қабылданбалы деп саналады. Осы жағдайда алынған мәндердің орташа арифметикалық мәні ретінде сынаманың минерализатындағы ($С_{изм}$) элементтің үлестік шоғырлануын өлшеу нәтижесі қабылданады.

Сынаманың матрицалық тиімділігінің ықтимал пайда болған кезде алынған нәтижелердің анықтығы қоспа енгізу арқылы расталады.

Процедура мынадан тұрады: кюветаға таңдалған көлем сынамасы енгізіледі, бұдан әрі аналитикалық сигнал градуирлеу сипаттамасы ауқымының шеңберінде қалдыра отырып, 1,5 – 2 есе артатындай етіп, белгілі концентрация элементі ерітіндісінің осындай көлемі кюветаға енгізіледі. Бұл ретте енгізілген сынама мен қоспаның жиынтық көлемі 40 $мм^3$ аспауға тиіс. Содан соң өлшеу процедурасы іске қосылады. Қоспалы өлшемдер кемінде үш рет қайталанады және элемент массасының орташа арифметикалық мәні табылады.

Элемент массасының күтілетін мәні енгізілген сынама көлемінде болатын элементтің масса жиынтығы мен енгізілген қоспа көлеміндегі элементтің массасын білдіреді.

Егер элемент массасының өлшенген мәні мен күтілетін мәні арасындағы айырмашылық күтілетін мәнінен артпайтын 15 % жағдайда, онда сынаманың талдау нәтижесі расталған деп саналады.

Егер осы шарт орындалмаса, онда талдаудың басқа да шарттарын таңдауға болады: басқа модификатор, графиттік пештің температуралық программасын оңтайландыру және т.б.

Қиындық туған жағдайда әзірлеушіге жүгіну керек.

12.2 Дайындалған сынамада сынаптың үлестік шоғырлануын өлшеу

Реакциялық ыдысқа сынапты – гидридті қондырма қалайы хлоридінің 3 $см^3$ қалпына келтіру ерітіндісі дозатормен енгізіледі, ластаушы қалпына келтіру ерітіндісінің сынап іздерін жою үшін аргон үрленеді (шығыны 0,4-0,6 $дм^3$/мин, уақыты 10 с бастап 60 с дейін реактив тазалығына байланысты) және 11.4 бойынша дайындалған 5 $см^3$ сынама минерализатының аликвотасы дозаланады.

Әрбір сынама минерализатының кемінде үшін аликвот талданады және 11.8 сәйкес белгіленген градуирлеу байланыстылығы бойынша сынаптың үлестік шоғырлануы есептеледі.

Программалық қамтамасыз ету көмегімен алынған нәтижелердің салыстырмалы ОКА және сынаптың массалық концентрацияның алынған мәндерінің арифметикалық мәні табылады. Алынған нәтижелер, егер салыстырмалы ОКА 6 % аспайтын жағдайда, қабылданбалы деп саналады. Осы жағдайда алынған мәндердің орташа арифметикалық мәні ретінде сынаманың минерализатындағы ($С_{изм}$) сынаптың үлестік шоғырлануын өлшеу нәтижесі қабылданады.

Градуирлеу байланыстылығын салу кезінде тіркелген максималды сигналда сынаманың аналитикалық сигналы арту кезінде сынама, аналитикалық сигнал мәні градуирлеу байланыстылығын құру ауқымының ортасында түсетіндей етіп екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен сұйылтады.

Сұйылтылған сынама жоғарыда сипатталған сияқты талданады. Сынаманы сұйылту Q коэффициенті (2) формула бойынша есептеледі.

12.3 Бос сынаманы талдау

11.5 сәйкес дайындалған бос сынамалар 12.1 немесе 12.2 бойынша талданады. 12.1 бойынша талдау кезінде атомизатордың графиттік кюветасына енгізілетін бос сынама көлемі 40 мм^3 құрайды.

Бос сынамадағы элементтің үлестік шоғырлануын өлшеу нәтижесі ретінде ($С_{хол}$) бос сынаманың графиттік кюветаға тізбекті енгізу кезінде алынған (12.1) немесе оның аликвотасын 12.2 бойынша талдау кезінде алынған орташа арифметикалық мәні қабылданады.

2-кестеде келтірілген көрсеткіш мәндеріне сәйкес өлшеу дәлдігін қамтамасыз ету үшін бос сынама шамасы кадмий үшін 0,1 мкг/дм^3, қорғасын, күшән үшін 2 мкг/дм^3, және қалайы үшін 4 мкг/дм^3 аспауға тиіс.

Сына үшін бос сынама шамасы 0,1 мкг/дм^3 аспауға тиіс. Бұл СВЧ-минералдауды пайдалану кезінде сынаптың төменгі концентрациясын анықтау кезінде ерекше маңызды, өйткені басқа элементтен қарағанда сынап фторопласт стақан қабырғасында сорбцияланады.

Сондықтан бос сынамадағы массалық концентрация мәні 0,1 мкг/дм^3 кем екеніне көз жеткізу үшін бос сынаманы алдымен дайындау және тек осыдан кейін ғана сынамаларды минералдауға кірісу керек екені ұсынылады.

Егер бос сынама үшін көрсетілген нормативтер орындалмайтын жағдайда, онда ластану көзін тауып жою керек және бос сынаманы 11.5 бойынша дайындап, оны талдау керек.

Егер сынама сұйылтумен талданатын болса, онда бос сынаманы сәйкес сұйылту керек.

Ескертпе. Жүйелік жұмыс кезінде бақылау картасын пайдалану арқылы анықталатын элементтер бойынша бос сынаманың мәндерінің тұрақтылығын бақылау керек және бос сынама мәндері үшін негативті тенденцияны қалыптастыру кезінде оперативті шараларды қабылдау керек.

13 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

Сынамадағы анықталатын элементтің массалық (X) үлесі мына формула бойынша есептеледі:

$$X = \frac{0{,}001 \cdot (C_{изм} - C_{бос}) \cdot V \cdot Q}{m}, \quad (3)$$

мұндағы X – сынамадағы элементтің массалық үлесі, мг/кг;

$С_{изм}$ – 12.1 немесе 12.2 бойынша сынама минерализатындағы элементтің үлестік шоғырлануының өлшенген мәні, мкг/дм^3;

$С_{хол}$ – 12.3 бойынша бос сынамадағы элементтің үлестік шоғырлануының өлшенген мәні, мкг/дм^3;

V – минерализат көлемі, см^3;

Q – минерализаттың қосымша мәні;

m – сынама аспасының массасы, г;

0,001 – масса бірлігінің өлшемдерін келісу коэффициенті.

14 Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Пайдаланылуын қарастыратын құжатта өлшеу нәтижесі мына түрде көрсетіледі:

а) $X \pm \Delta_x$, мг/кг, P = 0,95,

мұндағы X – анықталатын элементтің массалық үлесін өлшеу нәтижесі ((3) формула), мг/кг;

Δ_x – әдістеме дәлдігінің көрсеткіші (P = 0,95 ықтималдығы кезінде өлшеудің бірлік нәтижесінің абсолюттік қателік шегі), мг/кг;

$$\Delta_X = \frac{\delta_X \cdot \tilde{O}}{100}, \quad (4)$$

δ_x мәні 2-кестеде келтірілген.

б) Зертхана беретін құжатта өлшеу нәтижесі мына түрде беріледі: $X \pm \Delta_л$ мг/кг, P = 0,95,

$\Delta_л$ – зертханада әдістемені іске асыру кезінде белгіленген өлшеу нәтижелері қателігінің сипаттама мәні, мг/кг.

15 Өнімділік жағдайында алынатын нәтижелердің қабылдағыштығын тексеру

Екі зертханада алынған өлшеу нәтижелері арасындағы айырмашылық өнімділік шегінен аспауға тиіс:

$$|X_{1,лаб}\text{-}X_{2,лаб}| \le 0{,}01 \cdot X_{ср} \cdot R_{отн}, \quad (5)$$

мұндағы $X_{1,лаб}$ – бірінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/кг;

$X_{2,лаб}$ – екінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/кт;

$X_{ср}$ – екі зертханадағы өлшеу нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні, мг/кг;

R – өнімділік шегінің мәні (8-кесте), %.

(5) теңсіздік шарты орындалу кезінде екі өлшеу нәтижесі қабылданды, түпкілікті ретінде олардың жалпы орташа мәні пайдаланылуы мүмкін.

Осы шарттарды орындалмаған жағдайда, ГОСТ ИСО 5725-6 сәйкес өлшеу нәтижелерінің қабылдағыштығын тексеру әдістері пайдаланылуы мүмкін.

8-кесте. Қайталанғыштығы мен өнімділік шектері (P = 0,95)

Өлшеу ауқымы, мг/кг (млн$^{-1}$)	Қайталану шегі (екі параллель анықтамалар арасындағы рұқсат етілетін айырмашылығының салыстырмалы мәні), r %	Өнімділік шегі (әр түрлі зертханада алынған әр түрлі нәтижелер арасындағы рұқсат етілетін айырмашылығының салыстырмалы мәні), R %
Кадмий		
0,01 бастап 1 дейін қоса	25	36
Қорғасын		
0,05 бастап 0,2 дейін қоса	39	56
0,2 жоғары 10 дейін қоса	25	36
Күшән		
0,05 бастап 10 дейін қоса	25	36
Сынап, ылғал минералдау		
0,0025 бастап 0,005 дейін	36	50
0,005 бастап 1 дейін қоса	25	36
Сынап, СВЧ-минералдау		
0,005 бастап 0,02 дейін қоса алғанда	39	56
0,02 жоғары 1 дейін қоса	25	36
Хром		
0,2 бастап 10 дейін қоса	25	36

16 Зертханада әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау

16.1 Зертханада әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау:

- қайталану жағдайында нәтижелердің қабылдағыштығын бақылау;
- жеке алынған бақылау процедурасын іске асыру кезінде қателігін бағалау негізінде өлшеу процедурасын оперативті бақылау
- зертхана ішілік анықтық көрсеткіштерінің орташа квадраттық ауытқу тұрақтылығын бақылау негізінде өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды қарастырады.

16.2 Қайталану жағдайында нәтижелердің қабылдағыштығын бақылау

Қайталану жағдайында алынатын нәтижелердің қабылдағыштығын бақылау осы стандарт бойынша талданатын өнім сынамаларын пайдалану арқылы таңдап бақылау арқылы өткізіледі.

Әдістеме жазуына сәйкес нақты сынаманың екі аспасы талданады және екі өлшеу нәтижесі алынады. Өлшеу нәтижелері шарттарды орындау кезінде қабылдамалы деп танылады.

$$X_{max} - X_{min} \le 0{,}01 \cdot \overline{\delta} \cdot r, \qquad (6)$$

Мұндағы X_{max} – параллель анықтамалардың үлкен нәтижесі, мг/кг;

X_{min} - параллель анықтамалардың кіші нәтижесі, мг/кг;

$\overline{\delta}$ - параллель анықтамалардың нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні, мг/кг;

r – қайталану шегінің мәні (8-кесте), %.

(6) теңсіздік орындалмаған кезде бақылау процедурасы үлгілердің екі еселенген мөлшерінде қайталанады. Қайта қанағатсыз нәтижеде қанағатсыз нәтижеге әкелетін себептер табылып, жойылады.

17 Өлшеу процедурасын оперативті бақылау

Өлшеуді орындау процедурасын оперативті бақылау $К_д$.нормативті бақылаумен жеке алынған $К_к$ бақылау процедурасы нәтижесін салыстыра арқылы өткізіледі. Бақылауға арналған үлгілер тиісті элементтердің массалық үлесінің аттестатталған мәндерімен талданатын объектілер құрамының стандарттық үлгілерінің бағыттарын түсіру ретімен пайдаланылады, элементтердің массалық үлесі зертхана аралық сынақ нәтижелері бойынша белгіленген үлгілер; зертханада көп рет талданған үлгілер.

$К_к$ бақылау процедурасының нәтижесі мына формула бойынша есептеледі:

$$K_к = |X\text{-}C|, \qquad (7)$$

Мұндағы

С – тіреу мәні (стандарттық үлгідегі элементтің массалық үлесінің аттестатталған мәні, зертхана аралық салыстыру сынақ нәтижелері бойынша белгіленген жалпы орташа мәні немесе көп рет өлшеу нәтижелері бойынша зертханада белгіленген орташа мәні), мг/кг.

$К_δ$ бақылау нормативі мына формула бойынша есептеледі:

$$K_д = Δ_л, \qquad (8)$$

мұндағы $Д_л$ – бақылауға арналған үлгінің аттестатталған мәніне сәйкес келетін және әдістемені іске асыру кезінде зертханада белгіленген өлшеу нәтижелері қателігінің сипаттама мәні, мг/кг.

Егер зертханада салыстырмалы қателік шектері белгіленген болса ($\delta_л$, %), онда $Д_л$, мәндері мг/кг, мына формула бойынша есептеледі:

$$Д_л = 0,01\ \delta_л \cdot X, \quad (9)$$

Бақылау процедурасының сапасы мына шарт орындалған жағдайда қанағатты деп танылады:

$$K_к \leq K_д\ , \quad (10)$$

Егер (10) теңсіздігі орындалмайтын жағдайда, онда бақылау процедурасы қайталанады. Осы шарт қайта орындалмаған кезде қанағатсыз нәтижеге әкелетін себептер анықталады.

Өлшемді орындау процедурасы орындаушы бақылау кезеңділігі, сондай-ақ орындалатын өлшем нәтижелерінің тұрақтылығын бақылаудың іске асырылатын процедурасы зертханадағы сапа бойынша нұсқауда регламенттеледі.

Ескертпе. Зертханада әдістемені енгізу кезінде өлшеу нәтижелерінің дәлдік көрсеткішін өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылау процесінде ақпараттың жиналу шаралары бойынша кейіннен нақтылау арқылы $\delta_л = 0,84\delta$ (δ мәндері 2-кестеде келтірілген) өрнек негізінде белгілеуге рұқсат етіледі.

А қосымшасы
(міндетті)

Өлшемдерді орындауға химиялық ыдысты дайындау

Өлшемдерді орындау кезінде мына ережелерді басшылыққа ала отырып, химиялық ыдыс тазалығын мұқият сақтау керек. Химиялық ыдысты жуу үшін концентрацияланған азот (х.т.) немесе күкірт (х.т.) қышқылын пайдалануға рұқсат етіледі.

Ыдысты жуу үшін сілтінің барлық түрлерін, жуу құралдарының барлық түрлерін, хром қоспасын пайдалануға қатаң тыйым салынады.

Ыдыс суқұбыр суымен алдын ала шайылады, содан соң оған шамамен ½ азот немесе күкірт қышқылы құйылады, ішкі жағы толық шайылады, содан кейін арнайы ыдысқа құйылады.

Алмұрт тәрізді құрал көмегімен тамшуыр белгіден жоғары бірнеше рет қышқылмен толықтырылады.

Ыдыс су – құбыр (кемінде бес рет) шайылған соң екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен (екі – үш рет) түпкілікті шайылады.

Сынапты анықтау үшін барлық ыдыс ыстық су – құбыр сумен жуылады, содан соң (1:1) ыстық азот қышқылы ерітіндісімен шайылады.

Ыдыс су – құбыр (кемінде бес рет) шайылған соң (кемінде бес рет) екі рет тазартылған сумен (екі – үш рет) түпкілікті шайылады

Әрбір ерітінді үшін талдау өткізу кезінде өзінің тамшуырын пайдалану керек.

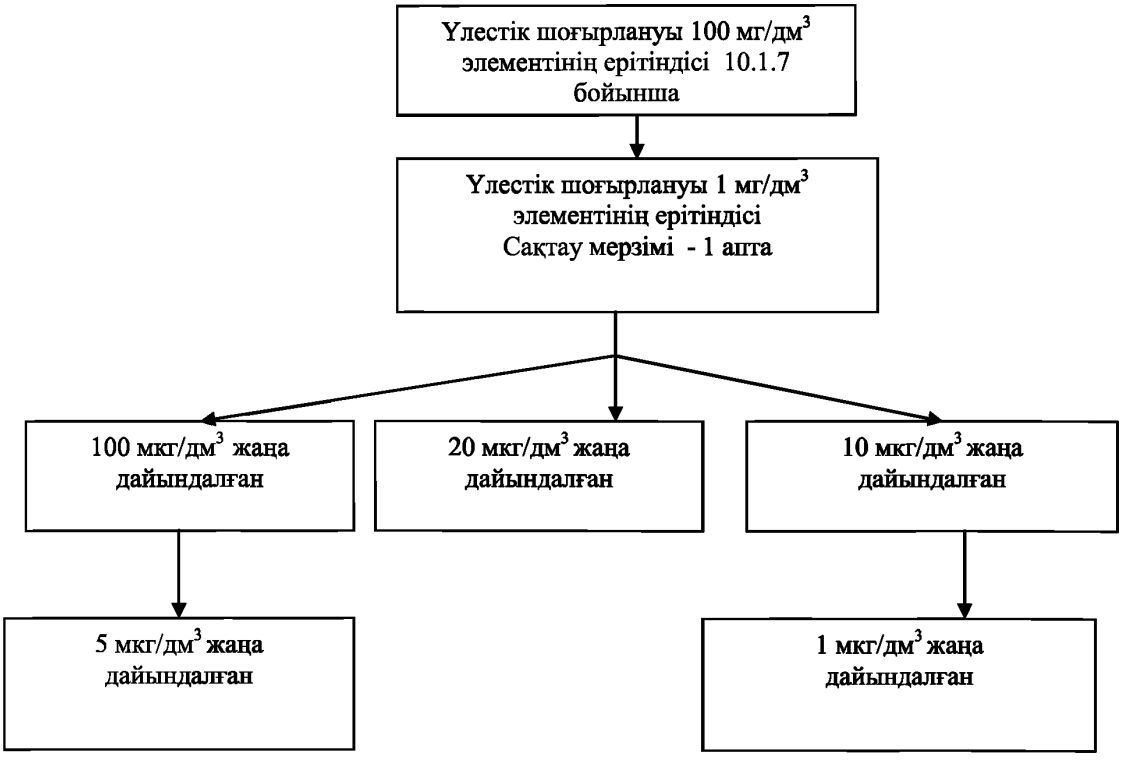
Құты ерітіндісі таза, құрғақ стақанға құйылады, одан ерітінді тамшуырға жиналады.

Ластану болдырмау үшін ерітіндінің барлық көлеміне тамшуыр жүктеуге тыйым салынады. Дозатормен жұмыс істеу кезінде ұқсас түрде келіп түседі. Барлық ұштар бір рет пайдаланылуға тиіс.

Әрбір элементтің ерітінділерін дайындау үшін ыдыстың жеке жиыны ұсынылады.

Б қосымшасы
(ақпарат)

Күшән, кадмий, хром, қорғасын градуирлеу ерітінділерін дайындау алгоритмі Б.1 суретінде ғана келтірілген.



Сұйылтуға арналған ерітінділер:

1) As, Cd, Cr, Pb – азот қышқылы ерітіндісі 10.1.1 бойынша;

2) Sn - тұз қышқылы ерітіндісі 10.1.2 (1 мг/дм^3 үшін) бойынша, содан соң екі рет тазартылған (ионсыздандырылған) су 20 мкг/дм^3 үшін.

Б.1 суреті

Библиография

[1] Қазақстан Республикасының «Өлшем бірлігін қамтамасыз ету туралы» 200 жылғы 7 маусымдағы № 53-II заңы

ӘОЖ 664:546.56.06.006.354 **МСЖ 67.050**

Түйін сөздер: тамақ өнімдері, өндірістік шикізат, жем, мөлшерін анықтау, кадмий, қорғасын, сынап, хром, атомды-абсорбциялық әдіс

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

СТ РК 2350-2013

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» и ООО «Люмэкс-маркетинг», г. Санкт-Петербург

2 **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 29 октября 2013 года № 509-од

3 Настоящий стандарт разработан на основе М 04-64-2010 «Продукты пищевые и сырье продовольственное. Корма, комбикорма и сырье для их производства. Методика измерений массовой доли кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией модификаций МГА-915, МГА-915М, МГД-915МД»

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2018 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути и хрома в пробах мяса и мясопродуктов, рыбы и рыбопродуктов, молока и молочных продуктов, зерна, мукомольно-крупяных и хлебобулочных изделий, плодоовощной продукции (в том числе чая, кофе, соков и соковой продукции), сахара и кондитерских изделий (в том числе шоколада), соли, биологически активных добавок, консервов, кормов, комбикормов и сырья для их производства с использованием атомно-абсорбционного метода с электротермической атомизацией. Диапазон измерений массовой доли элементов с учетом разбавления приведен в Таблице 1.

Для определения ртути дополнительно используется ртутно-гидридная приставка.

Настоящий стандарт не распространяется на масличное сырье и жировые продукты, а также на безалкогольные и алкогольные напитки.

Таблица 1 - Диапазон измерений массовой доли элементов с учетом разбавления

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг (млн[1])
Кадмий	от 0,01 до 1 включительно
Свинец	от 0,05 до 10 включительно
Мышьяк	от 0,05 до 10 включительно
Ртуть	от 0,0025 до 1 включительно
Хром	от 0,2 до 10 включительно

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 2.1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Термины и определения.

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации средств измерений.

Издание официальное

СТ РК 2.79-2004 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов зарубежного выпуска. Порядок допуска к применению. Основные положения.

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

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

ГОСТ 12.1.009-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Термины и определения.

ГОСТ 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

ГОСТ 3772-74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия.

ГОСТ 5667-65 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемка и методы отбора проб. Методы определения органолептических показателей и массы изделия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 7702.0-74 Мясо птицы. Методы отбора образцов. Органолептические методы оценки качества.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 9792-73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 11088-75 Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия.

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические Условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Метод отбора проб.

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Правило приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические Условия.

ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 14836-82 Палладий в порошке. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жаропрочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 26312.1-84 Крупа. Приемка и методы отбора образцов. Метод определения органолептики.

ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб.

ГОСТ 26929-94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб минерализация для определения содержания токсичных элементов.

ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб.

ГОСТ 28311-89 Дозаторы лабораторные. Общие технические требования и методы испытания.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметки.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 30364.0-97 Продукты яичные. Методы отбора проб и определение органолептики.

ГОСТ 31339-2006 Рыба. Нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6.

ГОСТ Р 53150-2008 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении.

«Санитарно-эпидемиологические требования к атмосферному воздуху в городских и сельских населенных пунктов, условиям работы с источниками физических факторов, оказывающих воздействие на человека», утвержденные постановлением Правительства Республики Казахстан от 25 января 2012 г. № 168.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины в соответствии с [1] и СТ РК 2.1.

4 Сущность метода

Метод измерений массовой доли элементов основан на минерализации проб пищевых продуктов и продовольственного сырья, комбикормов и комбикормового сырья одним из трех методов (сухое озоление, мокрая минерализация, минерализация при повышенном давлении) с последующими градуировкой и измерением их массовой концентрации в полученном минерализате методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией.

Перед измерением ртути ее соединения восстанавливают раствором хлорида олова и переносят током инертного газа в подготовленную графитовую кювету спектрометра.

5 Приписанные характеристики погрешности измерений

Настоящий стандарт обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений показателя точности измерений, приведённых в Таблице 2.

Таблица 2 - Значения показателей точности измерений

Диапазон измерений, мг/кг (млн $^{-1}$)	Показатель точности измерений (граница относительной погрешности для доверительной вероятности P=0,95, ± δ, %)
Кадмий	
От 0,01 до 1 вкл.	26
Свинец	
От 0,05 до 0,2 вкл.	40
Свыше 0,2 до 10 вкл.	26
Мышьяк	
От 0,05 до 10 вкл.	26
Ртуть, мокрая минерализация	
От 0,0025 до 0.005 вкл.	36
Свыше 0,005 до 1 вкл.	26
Ртуть, сверхвысокочастотная (СВЧ) - минерализация	
От 0,005 до 0.02 вкл.	40
Свыше 0,02 до 1 вкл.	26
Хром	
От 0,005 до 0.02 вкл.	40
Свыше 0,02 до 1 вкл.	26

При необходимости диапазоны измерений могут быть расширены как в сторону больших значений за счет дополнительного разбавления проб, так и в сторону меньших значений за счет увеличения навески пробы и снижения величины холостой пробы. В этих случаях пользователь должен подтвердить соответствие получаемых результатов метрологическим характеристикам, приведенным в Таблице 2.

6 Средства измерений и вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении метода измерений применяют следующие средства измерений, реактивы, материалы и другие вспомогательные устройства.

6.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные высокого или специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ 24104.

Набор гирь Г-2-210 с максимальной номинальной массой от 1 г до 100 г, класса F1.

Спектрометр атомно-абсорбционный с электротермической атомизацией, работающий в диапазоне длин волн от 190 нм до 600 нм, например, с Зеемановской коррекцией неселективного поглощения, укомплектованный спектральными лампами для определения кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома и снабженный специализированным программным обеспечением.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770.

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

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.

Бюретка вместимостью 10 мл по ГОСТ 29251.

Мерные цилиндры вместимостью 50 мл или 100 мл по ГОСТ 1770.

Межгосударственные стандартные образцы состава раствора определяемых ионов (погрешность аттестованного значения ± 1 %), МСО 1755:2012 (свинец), МСО 1753:2012 (кадмий), МСО 0095:1999 (мышьяк, хром), МСО 0364-2002 (ртуть).

Установка для получения деионизованной воды или бидистиллятор или прибор для перегонки дистиллированной воды (кварцевый или стеклянный) обеспечивающий электропроводимость не более 0,20 мкS/см^3, по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

Стаканы лабораторные термостойкие вместимостью 50; 100; 250 и 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические термостойкие вместимостью 100; 250; 500; 1000 см^3 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 2-100-29, 2-250-29 по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ГОСТ 12026 или мембранные фильтры диаметром пор 0,45-0,55 мкм.

Система, обеспечивающая разложение проб: микроволновая или СВЧ с параметрами по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

Муфельная печь или электропечь сопротивления, обеспечивающая поддержание температурного режима от 150 °С до 600 °С с погрешностью ± 25 °С.

Ртутно-гидридная приставка РГП-915 (для определения ртути) по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

Допускается использование других типов средств измерений и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Используемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан и поверке в соответствии с СТ РК 2.4.

Стандартные образцы зарубежных стран должны быть допущены к применению на территории Республики Казахстан в соответствии с СТ РК 2.79.

Дополнительно для определения ртути и мышьяка необходимо:

Колбы круглодонные КГУ-2-1 -500-29/32 ТС, вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336

Холодильник водяной обратный ХШ-1- по ГОСТ 25336.

Порядок подготовки химической посуды к выполнению измерений изложен в Приложении А.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, обеспечивающих проведение измерений с требуемой точностью.

6.2 Реактивы

Для метода испытания, установленного настоящим стандартом, применяют только реактивы установленной степени чистоты:

- вода бидистиллированная или деионизированная, соответствующая требованиям ГОСТ 6709;
- кислота азотная ос.ч. по ГОСТ 11125;
- кислота соляная, ос.ч. по ГОСТ 14261;
- кислота серная ос.ч. по ГОСТ 4204;

- водорода перекись (30 %) ос.ч. по ГОСТ 177;
- нитрат палладия, ч.д.а. по ГОСТ 14836;
- нитрат магния, ч.д.а. по ГОСТ 11088;
- дигидрофосфат аммония (фосфатный модификатор) х.ч. по ГОСТ 3772.

Дополнительно для определения ртути необходимо:

- бихромат калия, х.ч. по ГОСТ 4220;
- кислота серная, ос.ч. по ГОСТ 14262;
- хлорид олова (II) 2-х водный, ч.д.а. по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке;
- кислота гексахлорплатиновая, ч.д.а. по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

7 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в нормативном документе на атомно-абсорбционный спектрометр.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений, указанных в «Санитарно-эпидемиологических требованиях к атмосферному воздуху в городских и сельских населенных пунктов, условиям работы с источниками физических факторов, оказывающих воздействие на человека». Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

Требования безопасности при выполнении измерений массовой доли ртути и утилизация растворов, содержащих ртуть согласно нормативных документов, действующих в Республике Казахстан.

8 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки и показавших удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

9 Условия выполнения измерений

Измерения проводятся при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха от 40 % до 80 %;
- атмосферное давление (84,0 – 106,7) мм рт.ст.;
- напряжение питания 220 В (± 10 %);
- освещенность не менее 300 люкс.

10 Построение градуировочной кривой

Градуировочные кривые строят по 10.1 – 10.2 не ранее чем за 24 ч до проведения измерений.

10.1 Приготовление растворов

Все растворы готовят с использованием бидистиллированной (деионизованной) воды. Проверку качества воды проводят по 11.6.2.

10.1.1 Приготовление раствора азотной кислоты, объемная доля 0,3 %

В коническую колбу помещают 300 $см^3$ или 400 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды, осторожно, при перемешивании приливают 3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч., доводят до 1000 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не ограничен.

Перед каждым использованием проверяют качество раствора по 11.6.2.

10.1.2 Приготовление раствора соляной кислоты, объемная доля 25 %

В коническую колбу помещают 750 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды, осторожно, при перемешивании приливают 250 $см^3$ концентрированной соляной кислоты квалификации ос.ч. и перемешивают. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не ограничен.

10.1.3 Приготовление раствора нитрата палладия, массовая концентрация 0,5 $г/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ раствора исходного реактива (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

10.1.4 Приготовление раствора смешанного фосфатно-магниевого модификатора

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ исходного раствора дигидрофосфата аммония (массовая концентрация 100 $г/дм^3$) и 1,25 $см^3$ исходного раствора нитрата магния (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

10.1.5 Приготовление раствора смешанного палладиево-магниевого модификатора

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ исходного раствора нитрата палладия (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и 1,25 $см^3$ исходного раствора нитрата магния (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

10.1.6 Приготовление раствора азотной кислоты, объемное соотношение 1:1

К 100 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды при перемешивании приливают равный объем концентрированной азотной кислоты. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не ограничен.

10.1.7 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 100 $мг/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают при помощи пипетки 5 $см^3$ ГСО состава раствора соответствующего иона, доводят до метки раствором азотной кислоты объемной доли 0,3 % по 10.1.1 и перемешивают.

Растворы устойчивы при хранении в полиэтиленовой, полипропиленовой или фторопластовой посуде в течение 3 месяцев.

ПРИМЕЧАНИЕ В случае применения мышьяка раствор данной концентрации не готовят, т.к. используют ГСО состава раствора мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см^3 (100 мг/дм^3).

Далее приготавливают градуировочные растворы элементов, указанные в Таблице 4, путем последовательного разбавления (но не более чем в 100 раз на каждом шаге) рабочего раствора массовой концентрации 100 мг/дм^3.

Алгоритм разбавления, а также фоновые растворы и сроки хранения растворов различных массовых концентраций приведены в Приложении Б.

10.2 Дополнительно для определения ртути необходимо:

10.2.1 Приготовление раствора бихромата калия, массовая доля 4 %

Навеску 4 г бихромата калия растворяют в 96 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды. Срок хранения в емкости из темного стекла с притертой пробкой - 3 месяца.

10.2.2 Приготовление раствора разбавления

В стакан из термостойкого стекла помещают 500 см^3 - 600 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды и осторожно приливают, тщательно перемешивая, 50 см^3 концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч. Затем добавляют 5 см^3 раствора бихромата калия по 10.2.1 и доводят объем до 1000 см^3 бидистиллированной (деионизованной) водой. Срок хранения в емкости из темного стекла с притертой пробкой - 3 месяца

10.2.3 Приготовление раствора серной кислоты, объемная доля 30 %

В термостойкий стакан помещают 100 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды и осторожно, при перемешивании, добавляют 60 см^3 концентрированной серной кислоты (d =1,83 г/см^3), после охлаждения разбавляют раствор бидистиллированной (деионизованной) водой до 200 см^3. Срок хранения не ограничен.

10.2.4 Приготовление раствора гексахлорплатиновой кислоты

Навеску 1 г гексахлорплатиновой кислоты растворяют в 100 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды. Срок хранения в колбе с притертой пробкой в темном месте -12 месяцев.

10.2.5 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают примерно 30 см^3 раствора разбавления по 10.2.2, вносят 2,0 см^3 ГСО состава раствора ртути массовой концентрации 1 г/дм^3, доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 6 месяцев.

10.2.6 Приготовление 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 по 10.2.5, доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 3-х месяцев.

10.2.7 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 2 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2,0 см^3 раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 по 10.2.5, доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 10 дней.

10.2.8 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 1 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 по 10.2.5, доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 10 дней.

10.2.9 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 0,5 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 25 см^3 раствора ртути массовой концентрации 2 мкг/дм^3 по 10.2.5 доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день использования.

11 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка спектрометра к работе, проверка качества бидистиллированной (деионизованной) воды, градуировка спектрометра, отбор и подготовка проб к анализу.

11.1 Отбор проб

Отбор лабораторных проб пищевых продуктов и продовольственного сырья, комбикормов и комбикормового сырья проводят в соответствии с нормативной документацией на конкретный вид продукции, например, отбор проб зерна и продуктов его переработки по ГОСТ 13586.3 и ГОСТ 27668, круп по ГОСТ 26312.1, хлеба и хлебобулочных изделий по ГОСТ 5667, колбасных изделий и продуктов из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц по ГОСТ 9792, мяса птицы по ГОСТ 7702.0, рыбы, нерыбных объектов и продукции из них по ГОСТ 31339, продуктов переработки плодов и овощей по ГОСТ 26313, продуктов яичных по ГОСТ 30364.0, комбикормов сырья для их производства по ГОСТ 13496.0.

11.2 Подготовка проб для определения содержания свинца, кадмия, хрома

Для всех способов минерализации в случае, если неизвестен состав пробы, следует брать максимальную навеску 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 11.2.2 или минерализацию при повышенном давлении по 11.2.3.

11.2.1 Сухая минерализация

Способ сухой минерализации применяют для всех видов сырья и продуктов.

В фарфоровый или кварцевый тигель (чашку) помещают навеску продукта 0,5 г - 2 г и проводят минерализацию согласно ГОСТ 26929. Полученную золу растворяют в 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) по 10.1.6, упаривают до влажных солей и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$-100 $см^3$ раствором азотной кислоты массовой доли 0,3 % по 10.1.1. Доводят до метки тем же раствором кислоты и перемешивают.

11.2.2 Мокрая минерализация

Навеску пробы массой 0,5 г -1 г помещают в колбу Кьельдаля и проводят разрушение органических веществ по ГОСТ 26929.

К навеске, помещенной в колбу Кьельдаля, добавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выдерживают не менее 15 мин. Затем постепенно нагревают в колбонагревателе, упаривая содержимое колбы до 3 $см^3$ - 5 $см^3$. После этого осторожно добавляют 15 $см^3$ 30 %-ной перекиси водорода порциями по 1 $см^3$ и снова упаривают до 3 $см^3$ - 5 $см^3$. Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют не растворившиеся частицы.

В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить выбранную массу навески, либо увеличить количество реактивов, используемых для разложения.

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

11.2.3 Минерализация при повышенном давлении

Подготовку проб методом минерализации при повышенном давлении проводят согласно ГОСТ Р 53150.

Используют любой прибор для минерализации под давлением, удовлетворяющий ГОСТ Р 53150, например, СВЧ-минерализатор или систему микроволновую с микроволновым способом нагрева. Порядок работы изложен в нормативном документе по эксплуатации и методических указаниях по проведению минерализации с использованием этих приборов.

Навеска пробы составляет от 0,5 г до 1 г, объем концентрированной азотной кислоты 10 $см^3$-15 $см^3$. Полученный минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ - 50 $см^3$, омывая стенки фторопластового стакана, в котором проводилась минерализация пробы, бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

11.3 Подготовка проб для определения содержания ртути

11.3.1 Мокрая минерализация

Навеску пробы массой 0,1 г - 2,0 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 $см^3$ 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 мин до 40 мин.

После прекращения бурного выделения оксидов азота через обратный холодильник к реакционной смеси аккуратно добавляют по 5 $см^3$ концентрированной азотной и серной кислот. Увеличивают нагрев, добиваясь интенсивного кипения. Выдерживают от 30 мин до 40 мин.

Перекрывают ток воды через рубашку холодильника и, выждав 2-3 мин, вводят в реакционную смесь перекись водорода через обратный холодильник порциями по 2 $см^3$ с интервалом 2-3 мин до потери пробой окраски (требуется от 10 $см^3$ до 30 $см^3$).

Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют не растворившиеся частицы. В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить выбранную массу навески, либо увеличить количество 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 пробоподготовки не уменьшается.

Далее добавляют через обратный холодильник небольшое количество бидистиллированной (деионизованной) воды и кипятят реакционную смесь еще 5 мин, после чего охлаждают, снимают обратный холодильник и добавляют 2 $см^3$ раствора бихромата калия по 10.2.1. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, омывая стенки круглодонной колбы бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

Пробу необходимо проанализировать в течение 48 часов.

ПРИМЕЧАНИЕ Мгновенное разрушение окраски дихромата калия при его добавлении в минерапизат может свидетельствовать о присутствии неразложившейся перекиси водорода в пробе, либо о неполной минерализации органической матрицы; и то, и другое недопустимо. В этом случае следует повторить минерализацию пробы.

11.3.2 Минерализация при повышенном давлении

Подготовку проб методом минерализации при повышенном давлении проводят согласно ГОСТ Р 53150.

Используют любой прибор для минерализации под давлением, удовлетворяющий ГОСТ Р 53150, например, СВЧ-минерализатор с микроволновым способом нагрева или СВЧ-минерализатор другой марки с такими же техническими характеристиками. Порядок работы изложен в нормативном документе по эксплуатации и методических указаниях по проведению минерализации с использованием этих приборов.

Навеску пробы массой 0,1 г помещают во фторопластовый стакан для пробоподготовки, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и проводят разложение под давлением 0,8 МПа в течение 20 мин. После того, как давление в закрытой системе упадет до 0,2 МПа, его сбрасывают. Такая процедура позволяет избежать потерь ртути. 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 10.2.1 доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

11.4 Подготовка проб для определения содержания мышьяка (мокрая минерализация)

Навеску пробы массой 0,1 г - 2,0 г помещают в круглодонную термостойкую колбу, вносят 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты 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 мин до 40 мин.

После прекращения бурного выделения оксидов азота через обратный холодильник к реакционной смеси аккуратно добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Увеличивают нагрев, добиваясь интенсивного кипения. Выдерживают от 30 мин до 40 мин.

Перекрывают ток воды через рубашку холодильника и, выждав 2 - 3 мин, вводят в реакционную смесь перекись водорода через обратный холодильник порциями по 1 $см^3$- 2 $см^3$ с интервалом 2 - 3 мин до потери пробой окраски (требуется от 5 $см^3$ до 10 $см^3$).

Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют не растворившиеся частицы. В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить выбранную массу навески, либо увеличить количество 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 пробоподготовки не уменьшается.

Далее добавляют через обратный холодильник небольшое количество бидистиллированной (деионизованной) воды и кипятят реакционную смесь еще 5 мин, после чего охлаждают.

Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 - 100 $см^3$, омывая стенки круглодонной колбы бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается использовать другие методы минерализации для определения элементов в пробах пищи и комбикормов в соответствии с действующими нормативными документами, однако в этом случае пользователь должен самостоятельно провести оценку метрологических характеристик.

11.5 Подготовка холостой пробы

Холостую пробу готовят и анализируют одновременно с каждой партией рабочих проб, используя те же реактивы и в тех же количествах, что и при анализе проб, но без навески анализируемого объекта.

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.

11.6 Градуировка спектрометра при прямом определении элементов

11.6.1 Проведение «холостой атомизации»

Приступая к градуировке спектрометра, а также перед началом измерений содержания определенного элемента в пробах, необходимо провести «холостую атомизацию», т.е. осуществить всю процедуру атомизации при выбранных параметрах измерений по Таблице 3 без введения пробы в графитовую кювету атомизатора.

Это необходимо для того, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений кюветы определяемым элементом и при наличии загрязнения устранить его путем отжига. «Холостую» атомизацию проводят до тех пор, пока значение аналитического сигнала не опустится ниже 0,01.

11.6.2 Контроль качества бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты

Перед началом работы проверяют качество бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 10.1.1. Для этого измеряют массовую концентрацию определяемых элементов в соответствии с Разделом 12 по установленным для них градуировочным характеристикам.

Качество воды (раствора азотной кислоты) признают удовлетворительным, если измеренное значение массовой концентрации элемента при вводе 40 $мм^3$ не превышает 5 % от рекомендуемых в Таблице 4 значений массовой концентрации градуировочного раствора.

Если градуировочная характеристика для данного элемента в лаборатории еще не установлена, то используют градуировочную характеристику, установленную на фирме-изготовителе. При отсутствии градуировочной характеристики находят отношение аналитических сигналов от одинаковых объемов воды (раствора азотной кислоты) и градуировочного раствора (например, 20 $мм^3$), которое не должно превышать 0,05.

11.6.3 Градуировка спектрометра

Рекомендуемые параметры проведения различных стадий процесса атомизации для каждого элемента при градуировке и при анализе проб приведены в Таблице 3.

Таблица 3 - Условия проведения анализа

Элемент	Длина волны, нм	Сушка		Пиролиз 1		Пиролиз 2		Атомизация		Очистка	
		Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура,	Время, с	Температура, °с	Время, с	Температура,
Cd*	228,8	40	120	20-30	600	**	**	1.5	1300	2,0	1500
Pb*	283,3	40	120	20-30	650	20	1450	1.5	2400	2.0	2700
As*	193,7	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2750	2,0	2800
Cr	357,9	40	120	20-30	600	20	1500	1.5	2550	2,0	2700
Sn*	286,3	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2650	2.0	2750
* Определение с использованием модификаторов (см. Таблицу 5). ** Пиролиз 2 проводится при необходимости (если не подтверждается достоверность результатов, проводимая по 12.1											

Градуировочная характеристика спектрометра представляет собой зависимость аналитического сигнала от концентрации элемента.

В графитовую кювету атомизатора, подготовленную по 11.7.1, вводят последовательно дозатором или при помощи автосемплера 10; 20; 40 мм^3 градуировочного раствора соответствующего элемента, приготовленного в соответствии с Приложением Б. Рекомендуемые значения массовой концентрации градуировочных растворов для каждого элемента представлены в Таблице 4.

Таблица 4 - Рекомендуемые значения массовой концентрации растворов для построения градуировочных характеристик

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

Градуировочная характеристика для всех элементов, кроме хрома, строится с использованием модификаторов. В Таблице 5 приведены используемые модификаторы и способы работы с ними. При анализе проб вводятся те же модификаторы, что и при проведении градуировки.

Таблица 5 - Введение модификатора

Элемент	Модификатор	Объем, мм^3	Способ ввода
Cd	$Pd(N0_3)_2$ по 10.1.3	10	1,2
Pb	$Mg(N0_3)_2$+$NH_4H_2P0_4$ по 10.1.4	10	1,2
Sn	$Pd(N0_3)_2$+$Mg(N0_3)_2$ по 10.1.5	10	1,2
As	$Pd(N0_3)_2$ по 10.1.3	10	1,2
Способ 1. Последовательное введение модификатора и пробы непосредственно в кювету (суммарный объем пробы и модификатора не должен превышать 50 мм^3). Способ 2. Введение модификатора в градуировочный раствор/пробу. К 1 см^3 градуировочного раствора/пробы добавляют 20 мм^3 раствора модификатора и затем дозируют в графитовую кювету спектрометра.			

Каждый из рекомендуемых объемов градуировочного раствора последовательно вводят в графитовую кювету по пять раз и измеряют величины аналитического сигнала, используя программное обеспечение к спектрометру. Затем рассчитывают среднее арифметическое значение сигнала для всех вводов и его среднее квадратическое отклонение (СКО), которое не должно превышать 6 %. Если это условие не соблюдается, то необходимо выявить и устранить причины нестабильности и повторить ввод градуировочного раствора.

В качестве аналитического сигнала нулевой точки (масса соответствующего элемента равна нулю) берут сигнал от отожженной по 11.6.1 графитовой кюветы. Проверку значения СКО для нулевой точки не проводят.

Массу элемента, введенную в графитовую кювету (M, пг) вычисляют по Формуле:

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

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

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

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную характеристику.

11.6.4 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят непосредственно после ее построения по 11.6.3, при этом водятся те же модификаторы, что и при ее построении. Перед проведением проверки приемлемости необходимо провести отжиг графитовой кюветы по 11.6.1.

Проверка состоит в измерении массовой концентрации определяемого элемента при 15; 20; 25 мм^3 раствора, используемого при градуировке. Выбранный объем раствора следует вводить в графитовую кювету не менее трех раз.

Используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднее значение массовой концентрации элемента для всех измерений и относительное СКО полученных значений. Градуировочная характеристика признается приемлемой, если:

- значение СКО не превышает 6 %;
- отклонение среднего арифметического значения массовой концентрации соответствующего элемента от действительного значения (см. Таблицу 4) не превышает 12 %.

11.6.5 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 построении градуировочной характеристики.

В качестве образца для контроля используют раствор элемента массовой концентрации, приведенной в Таблице 4. Допускается использование растворов других концентраций при условии, что масса элемента в дозируемом объеме соответствует диапазону градуировочной характеристики.

Не менее трех раз вводят в графитовую кювету атомизатора от 10 мм^3 до 40 мм^3 образца для контроля и измеряют значения массовой концентрации элемента в соответствии с выбранным режимом работы (см. Таблицу 3). Градуировочная характеристика признается стабильной, если:

- СКО результатов измерений не превышает 6 %;
- отклонение найденного среднего арифметического значения массовой концентрации элемента от действительного значения в образце для контроля не превышает 15 %.

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 11.6.2.

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

ПРИМЕЧАНИЕ Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проведении проверки приемлемости и контроле стабильности градуировочной характеристики при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.

11.7 Градуировка спектрометра при определении ртути

11.7.1 Платинирование кюветы

В графитовую кювету дозатором вводят 40 мм^3 раствора гексахлорплатиновой кислоты (см. 10.2.4) и проводят атомизацию в следующем режиме:

- сушка - 120 °С, 40 с;
- пиролиз 1 - 600 °С, 20 с;
- пиролиз 2 - 1500 °С, 3 с;
- атомизация – 2000 °С, 2 с;
- очистка – 2200 °С, 2 с;
- пауза - 60 с.

Все операции следует проводить при большом внутреннем токе аргона (0,5 - 1,0 дм^3/мин).

Процедуру ввода раствора и атомизации повторяют еще четыре раза, после чего кювета готова к работе.

Платинирование необходимо повторять после проведения 50 -60 измерений, а также при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики по 11.7.4 в процессе работы.

11.7.2 Градуировка спектрометра

Подготавливают спектрометр к работе с ртутно-гидридной приставкой в соответствии с Руководством по эксплуатации. Рекомендуемые параметры построения градуировочной зависимости приведены в Таблице 6.

В реакционный сосуд ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 см^3 восстановительного раствора хлорида олова осуществляют продувку аргоном (расход 0,4-0,6 дм^3/мин, время от 10 с до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) для удаления следов ртути, восстановительный раствор. Вводят дозатором в реакционный сосуд 5 см^3 градуировочного раствора ртути и проводят измерение аналитического сигнала в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Таблица 6 - Рекомендуемые параметры анализа градуировочных растворов ртути и проб

Параметр	Значение
Расход аргона, $дм^3$/мин	0,4 - 0,6 (40 -60 ед. по шкале ротаметра)
Температура пиролиза, °С	80
Длительность пиролиза, с	60
Температура сушки, °С	80
Длительность сушки, с	20
Температура атомизации, °С	1000
Длительность атомизации, с	3
Температура очистки, °С	1500
Длительность очистки, с	2
Длительность паузы, с	30

Масса ртути, соответствующая вводу 5 $см^3$ градуировочного раствора приведена в Таблице 7.

При построении градуировочной зависимости следует начинать с раствора разбавления, а затем последовательно вводить градуировочные растворы в порядке возрастания концентрации.

Измерение с каждой массой ртути проводят пять раз и при помощи программного обеспечения рассчитывают среднее арифметическое значение и относительное стандартное отклонение полученных значений аналитического сигнала, которое не должно превышать 6 %. Если это условие не соблюдается, то необходимо выявить и устранить причины нестабильности и повторить ввод градуировочного раствора.

Таблица 7 - Рекомендуемые значения массы ртути для построения градуировочной зависимости

Массовая концентрация градуировочного раствора, $мкг/дм^3$	Масса ртути, пг
Раствор разбавления по п.10.2.2	0
0,5	2500
1,0	5000
2,0	10000

Для нулевой точки используют значения интегральных аналитических сигналов, соответствующих раствору разбавления. Проверку значения СКО для нулевого раствора не проводят.

Значение аналитического сигнала от раствора массовой концентрации 0,5 $мкг/дм^3$ по крайней мере в 20 раз должно превышать значение аналитического сигнала от раствора разбавления.

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную зависимость аналитического сигнала (средних арифметических значений для последовательных вводов градуировочных растворов) от массы ртути.

11.7.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят непосредственно после ее построения по 11.7.2.

В реакционный сосуд ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 $см^3$ восстановительного раствора хлорида олова, осуществляют продувку аргоном (расход 0,4 - 0,6 $дм^3$/мин, время от 10 с до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) для удаления следов ртути, загрязняющей восстановительный раствор. Вводят дозатором в реакционный сосуд 3 $см^3$ градуировочного раствора ртути массовой концентрации 1 мкг/$дм^3$ по 10.2.8 и проводят измерение аналитического сигнала в соответствии с Руководством по эксплуатации. Измерения проводят не менее трех раз.

Используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднее значение массовой концентрации ртути для всех измерений и относительное среднее квадратическое отклонение полученных значений. Градуировочная характеристика признается приемлемой, если:

- значение СКО не превышает 6 %;
- отклонение среднего арифметического значения массовой концентрации ртути от действительного значения не превышает 12 %.

11.7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Процедура контроля стабильности градуировочной характеристики состоит в проведении не менее двух параллельных измерений массовой концентрации ртути в одном из заново приготовленных растворов по 10.2.7 - 10.2.9, перед началом работы и после анализа 10-12 проб.

Используя критерии, сформулированные в 11.6.5 проверяют стабильность градуировочной характеристики.

12 Выполнение измерений

12.1 Измерение массовой концентрации элементов (кроме ртути) в подготовленной пробе

Пробы, подготовленные по 11.2 или 11.4, анализируют в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра с обязательным предварительным отжигом графитовой кюветы и оценкой ее чистоты по 11.6.1. Условия проведения анализа (в том числе введение модификатора) при определении массовой концентрации конкретного элемента в пробе и при градуировке должны совпадать.

Начинать анализ рекомендуется с ввода в кювету минимально возможного объема пробы (10 $мм^3$). В зависимости от полученной величины аналитического сигнала поступают следующим образом:

- если величина сигнала мала (менее половины величины сигнала от первой градуировочной точки), то увеличивают объем дозируемой пробы, но не более чем до 40 $мм^3$;
- если в окне результатов вместо значения массовой концентрации появляется пометка «<> калибр.» или «некорректное значение», то пробу разбавляют таким образом, чтобы сигнал от разбавленной пробы при дозировании от 10 $мм^3$ до 40 $мм^3$ соответствовал примерно середине диапазона градуировочной характеристики.

Коэффициент разбавления вычисляют по Формуле:

$$Q = \frac{V_k}{V_a} \quad , \qquad (2)$$

где V_k-объем разбавленной пробы, $см^3$

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

Выбранный объем подготовленной пробы (исходной или разбавленной) дозируют в кювету не менее трех раз и измеряют массовую концентрацию элемента. При помощи

программного обеспечения находят среднее арифметическое значение полученных значений массовой концентрации и относительное СКО полученных результатов.

Полученные результаты считают приемлемыми, если относительное СКО не превышает 6 %. В этом случае среднее арифметическое полученных значений принимают за результат измерения массовой концентрации элемента в минерализате пробы ($С_{изм}$).

При наличии возможных проявлений матричных эффектов пробы достоверность полученных результатов следует подтвердить путем введения добавок.

Процедура состоит в следующем: вводят в кювету пробу выбранного объема, далее вводят в кювету такой объем раствора элемента известной концентрации (например, градуировочного), чтобы аналитический сигнал вырос в 1,5-2 раза, оставаясь в рамках диапазона градуировочной характеристики. При этом суммарный объем вводимой пробы и добавки не должен превышать 40 $мм^3$. Затем запускают процедуру измерения. Повторяют измерение с добавкой не менее трех раз и находят среднее арифметическое значение массы элемента.

Ожидаемое значение массы элемента представляет собой сумму массы элемента, содержащейся в объеме введенной пробы, и массы элемента в объеме введенной добавки. Если расхождение между измеренным значением массы элемента и ожидаемым значением не превышает 15 % от ожидаемого значения, то результат анализа пробы считают подтвержденным. Если это условие не выполняется, то можно попробовать подобрать другие условия анализа: другой модификатор, оптимизировать температурную программу графитовой печи и т.д. В случае затруднения следует обратиться к разработчику.

12.2 Измерение массовой концентрации ртути в подготовленной пробе

В реакционный сосуд приставки ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 $см^3$ восстановительного раствора хлорида олова, осуществляют продувку аргоном (расход 0,4-0,6 $дм^3$/мин, время от 10 с до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) для удаления следов ртути, загрязняющей восстановительный раствор, и дозируют аликвоту 5 $см^3$ минерализата пробы, подготовленного по 11.4.

Анализируют не менее трех аликвот минерализата каждой пробы и вычисляют массовую конценфацию ртути по градуировочной зависимости, установленной согласно 11.8 При помощи программного обеспечения находят среднее арифметическое значение полученных значений массовой концентрации ртути в каждой аликвоте и относительное среднее квадратическое отклонение полученных результатов.

Полученные результаты считают приемлемыми, если относительное СКО не превышает 6 %. В этом случае среднее арифметическое полученных значений принимают за результат измерения массовой концентрации ртути в минерализате пробы ($С_{изм}$).

В случае превышения аналитического сигнала пробы над максимальным сигналом, зарегистрированным при построении градуировочной зависимости, пробу разбавляют бидистиллированной (деионизованной) водой так, чтобы значение аналитического сигнала попало в середину диапазона построения градуировочной зависимости. Разбавленную пробу анализируют, как описано выше. Коэффициент разбавления пробы Q вычисляют по Формуле (2).

12.3 Анализ холостой пробы

Холостые пробы, приготовленные согласно 11.5, анализируют по 12.1 или 12.2. При анализе по 12.1 объем холостой пробы, вводимый в графитовую кювету атомизатора, составляет 40 $мм^3$.

За результат измерения массовой концентрации элемента в холостой пробе ($С_{хол}$) принимают среднее арифметическое значений, полученных при последовательных вводах холостой пробы в графитовую кювету (см. 12.1) или при анализе ее аликвот по 12.2.

Для обеспечения точности измерений в соответствии со значениями показателей, приведенными в Таблице 2, величина холостой пробы не должна превышать 0,1 мкг/дм^3 для кадмия, 2 мкг/дм^3 для хрома, свинца, мышьяка и 4 мкг/дм^3 для олова.

Для ртути величина холостой пробы не должна превышать 0,1 мкг/дм^3. Это особенно важно при определении низких концентрации ртути при использовании СВЧ-минерализации, так как ртуть, в отличие от остальных элементов, сорбируется на стенках фторопластового стакана. Поэтому рекомендуется сначала приготовить холостую пробу, убедиться, что значение массовой концентрации ртути в ней составляет менее 0,1 мкг/дм^3, и только после этого приступать к минерализации проб.

Если указанные нормативы для холостой пробы не выполняются, необходимо найти и устранить источник загрязнения, вновь приготовить по 11.5 холостую пробу и проанализировать ее.

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

ПРИМЕЧАНИЕ При систематической работе необходимо контролировать стабильность значений холостой пробы по определяемым элементам с использованием, например, контрольных карт и принимать оперативные меры при формировании негативных тенденций для значений холостой пробы.

13 Обработка результатов измерений

Массовую долю определяемого элемента (X) в пробе вычисляют по Формуле:

$$X = \frac{0{,}001 \cdot (C_{изм} - \tilde{N}_{хол}) \cdot V \cdot Q}{m}, \qquad (3)$$

где X - массовая доля элемента в пробе, мг/кг;

$С_{изм}$ - измеренное по 12.1 или 12.2 значение массовой концентрации элемента в минерализате пробы, мкг/дм^3;

$C_{хол}$ - измеренное по 12.3 значение массовой концентрации элемента в холостой пробе, мкг/дм^3;

V - объем минерализата, см^3;

Q - дополнительное разбавление минерализата;

m - масса навески пробы, г;

0,001 - коэффициент согласования размерности единиц массы.

14 Оформление результатов измерений

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

а) $X \pm \Delta_x$, мг/кг, P = 0,95,

где X - результат измерений массовой доли определяемого элемента (см. Формулу (3), мг/кг;

Δ_x - показатель точности методики (границы абсолютной погрешности единичного результата измерений при вероятности P = 0,95), мг/кг;

$$\Delta_X = \frac{\delta_X \cdot \tilde{O}}{100}, \quad (4)$$

Значение δ_x приведено в Таблице 2.

б) Допускается результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$ мг/кг, $P = 0,95$,

$\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, мг/кг.

15 Проверка приемлемости результатов получаемых в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$|X_{1,лаб}-X_{2,лаб}| \le 0,01 \cdot X_{ср} \cdot R_{отн}, \quad (5)$$

где $X_{1,лаб}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/кг;

$X_{2,лаб}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/кг;

$X_{ср}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/кг;

R - значение предела воспроизводимости (Таблица 8), %.

При выполнении условия неравенства (5) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. При невыполнении этих условий могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6.

Таблица 8 - Пределы повторяемости и воспроизводимости ($P = 0,95$)

Диапазон измерений, мг/кг (млн$^{-1}$)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
Кадмий		
От 0,01 до 1 вкл.	25	36
Свинец		
От 0,05 до 0,2 вкл.	39	56
Свыше 0,2 до 10 вкл.	25	36
Мышьяк		
От 0,05 до 10 вкл.	25	36
Ртуть, мокрая минерализация		
От 0,0025 до 0,005 вкл.	36	50
Свыше 0,005 до 1 вкл.	25	36
Ртуть, СВЧ-минерализация		
От 0,005 до 0,02 вкл.	39	56
Свыше 0,02 до 1 вкл.	25	36
Хром		
От 0,2 до 10 вкл.	25	36

16 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

16.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль приемлемости результатов в условиях повторяемости;
- оперативный контроль процедуры измерений на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности СКО внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

16.2 Контроль приемлемости результатов в условиях повторяемости

Контроль приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости, проводится путем выборочного контроля с использованием проб продукции, анализируемых по настоящему стандарту.

Анализируют две навески пробы в точном соответствии с прописью методики и получают два результата измерений. Результаты измерений признаются приемлемыми при выполнении условия:

$$X_{max} - X_{min} \le 0{,}01 \cdot \overline{\tilde{O}} \cdot r, \qquad (6)$$

где X_{max} - больший результат параллельного определения, мг/кг;

X_{min} - меньший результат параллельного определения, мг/кг;

$\overline{\tilde{O}}$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений, мг/кг;

r - значение предела повторяемости (Таблица 8), %.

При невыполнении неравенства (6) процедуру контроля повторяют на удвоенном количестве образцов. При повторном неудовлетворительном результате находят и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

17 Оперативный контроль процедуры измерений

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $К_д$.

В качестве образцов для контроля используют в порядке понижения приоритетности стандартные образцы состава анализируемых объектов с аттестованными значениями массовой доли соответствующих элементов; образцы, в которых массовая доля элементов установлена по результатам межлабораторных испытаний; образцы, многократно проанализированные в лаборатории.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по Формуле:

$$K_к = |X\text{-}C|, \qquad (7)$$

где С - опорное значение (аттестованное значение массовой доли элемента в стандартном образце, общее среднее значение, установленное по результатам межлабораторных сравнительных испытаний или среднее значение, установленное в лаборатории по результатам многократных измерений), мг/кг.

Норматив контроля $К_δ$ рассчитывают по Формуле:

$$K_д = Δ_л, \qquad (8)$$

где $Δ_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики и соответствующее аттестованному значению образца для контроля, мг/кг.

Если в лаборатории установлены границы относительной погрешности ($\delta_л$, %), то значения $Д_л$, мг/кг, вычисляют по Формуле:

$$Д_л = 0,01\ \delta_л \cdot X, \quad (9)$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \leq K_д\ , \quad (10)$$

Если неравенство (10) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

ПРИМЕЧАНИЕ Допустимо показатель точности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\delta_л = 0,84\delta$ (значения δ приведены в Таблице 2) с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка химической посуды к выполнению измерений

При выполнении измерений необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную азотную (х.ч.) или серную (х.ч.) кислоту. Категорически запрещается использовать для мытья соду, все виды щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

Посуду предварительно отмывают водопроводной водой, а затем в нее наливают приблизительно на 1/2 объема азотную или серную кислоту и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд.

Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки.

После промывания посуды водопроводной водой (не менее пяти раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной (деионизованной) водой (два - три раза).

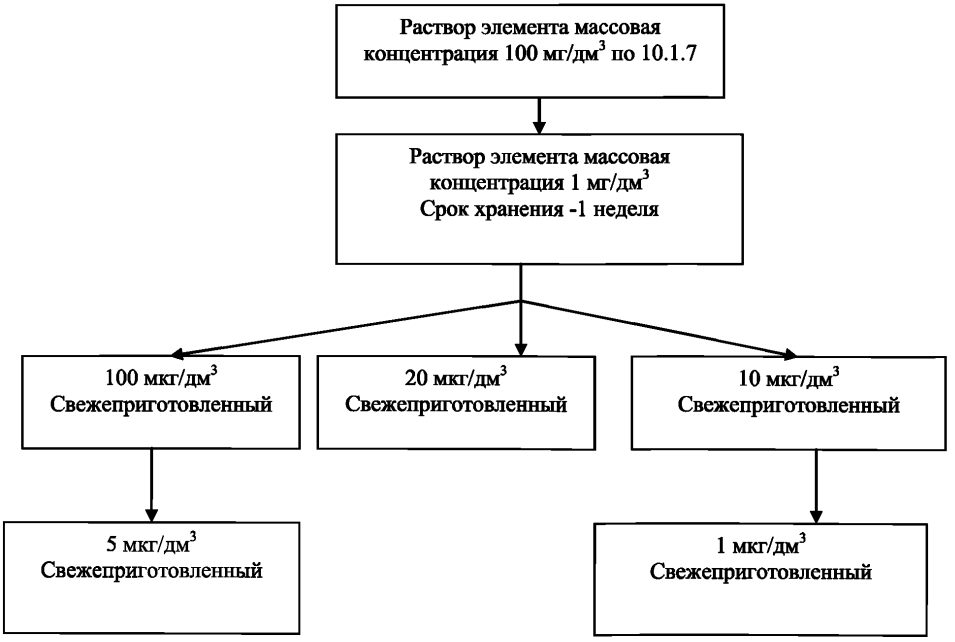
Всю посуду для определения ртути моют горячей водопроводной водой, затем горячим раствором азотной кислоты в соотношении (1:1). После промывания посуды водопроводной водой (не менее пяти раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной водой (два - три раза).

При проведении анализа для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в чистый, сухой стаканчик, и из него набирают раствор в пипетку. Запрещается погружать пипетку во весь объем раствора во избежание загрязнения. Аналогичным образом поступают при работе с дозаторами. Все наконечники должны использоваться однократно.

Рекомендуется иметь отдельный набор посуды для приготовления растворов каждого элемента.

Приложение Б
(информационное)

Алгоритм приготовления градуировочных растворов мышьяка, кадмия, хрома, свинца приведен на Рисунке Б.1.



Растворы для разбавления:

1) As, Cd, Cr, Pb - раствор азотной кислоты по 10.1.1;

2) Sn - раствор соляной кислоты по 10.1.2 (для 1 мг/дм^3), затем бидистиллированная (деионизованная) вода для 20 мкг/дм^3.

Рисунок Б.1

Библиография

[1] Закон Республики Казахстан «Об обеспечении единства измерений» от 7 июня 2000 года № 53-II

УДК 664:546.56.06.006.354 **МКС 67.050**

Ключевые слова: продукты пищевые, продовольственное сырье, корма, определение содержания, кадмий, свинец, мышьяк, ртуть, хром, метод атомно-абсорбционный.

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru