*Методика зарегистрирована в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора (регистр. код ФР.1.31.2001.00250)*

***МУ 08-47/106***

*(по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)*

# *ЯЙЦА. МЯСО И СУБПРОДУКТЫ УБОЙНЫХ ЖИВОТНЫХ.*

## *ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛЕВОМИЦЕТИНА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ*

**Издание второе. С изменением №1**

**Томск 2007**

gost.e-ecolog.ru

**Государственное образовательное учреждение**
**высшего профессионального образования**
**ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**
**ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"**
**АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ**
(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

# СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

**№ 08-47/106 А**

(взамен 08-47/106)

Методика выполнения измерений массовой концентрации левомицетина методом инверсионной вольтамперометрии в пробах яиц, мяса, субпродуктов, разработанная в Томском политехническом университете и ООО «ВНП Ф «ЮМХ» и регламентированная в МУ 08-47/106 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета) с Изменением №1

## ЯЙЦА. МЯСО И СУБПРОДУКТЫ УБОЙНЫХ ЖИВОТНЫХ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛЕВОМИЦЕТИНА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что данная МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон определяемых концентраций, мг/кг | Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r\left(\overset{0}{\delta}\right)$, % | **Показатель воспроизводимости** (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R\left(\overset{0}{\delta}\right)$, % | Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,% |
|---|---|---|---|---|
| Яйца. Мясо и субпродукты. | **Левомицетин** От 0,006 до 0,100 включ. | 10 | 16 | 40 |

**2** Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых концентраций | Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r* | Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), *R* |
|---|---|---|---|
| Яйца, мясо и субпродукты | **Левомицетин** От 0,006 до 0,100 мг/кг, включ. | $0{,}28 \cdot \overline{X}$ | $0{,}45 \cdot \overline{\overline{X}}$ |

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях

**3 Дата выдачи свидетельства 27 июля 2004 г**

Метролог метрологической службы ТПУ

_____Н.П.Пикула

"27" июля 2004 г

**«СОГЛАСОВАНО»**
Главный метролог ТПУ

_____Е.Н.Рузаев

"____" _____2004 г.

**«СОГЛАСОВАНО»**
Зам.директора по метрологии ФГУ «Томский ЦСМ»,
Руководитель органа ГМС

_____М.М.Чухланцева

"____" _____2004 г.

**«УТВЕРЖДАЮ»**
Проректор по НР ТПУ

_____В.А.Власов

"____" _____2004 г.

**«УТВЕРЖДАЮ»**
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____Г.Б.Слепченко

"27" июля 2004 г.

**Государственное образовательное учреждение**
**высшего профессионального образования**
**ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**
**ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"**
**АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ**
(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

**«УТВЕРЖДАЮ»**
Проректор по НР ТПУ
_____ В.А.Власов
"____" _____ 2004 г.

**«УТВЕРЖДАЮ»**
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»
_____ Г.Н.Кисленко
" 27 " июля 2004 г.

**МЕТОДИКА ВНЕСЕНА В ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В СФЕРАХ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И НАДЗОРА**
**ФР.1.31.2001.00250**

***МУ 08-47/106***
*(по реестру аккредитованной метрологической службы)*

# ЯЙЦА. МЯСО И СУБПРОДУКТЫ УБОЙНЫХ ЖИВОТНЫХ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛЕВОМИЦЕТИНА МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Издание второе. С изменением №1

**«СОГЛАСОВАНО»**
Метролог метрологической
службы ТПУ
_____ Н.П.Пикула
" 27 " июля 2004 г

**Томск 2004**

## *1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ*

Методика предназначена для анализа проб яиц, мяса (говядина, свинина, конина, баранина, козлятина, блоки мясные) и субпродуктов (печень, почки, язык, сердце и др.) и устанавливает порядок определения массовой концентрации левомицетина (хлорамфеникола) методом вольтамперометрии (ВА).

Методика применяется для определения массовых концентраций левомицетина в пробах яиц, мяса и субпродуктов в диапазоне от 0,006 до 0,100 мг/кг.

Предельно допустимая концентрация по [1] левомицетина в этих объектах равна 0,01 мг/кг.

## *2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ*

В настоящей методике использованы ссылки на следующие стандарты:

| | |
|---|---|
| ГОСТ 12.1.004-91 | ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования |
| ГОСТ 12.1.019-79 | ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты |
| ГОСТ 12.4.009-83 | ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание |
| ГОСТ 1770-74 | Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия |
| ГОСТ 2156-76 | Натрий двууглекислый. Технические условия |
| ГОСТ 2405-88 | Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия |
| ГОСТ 3769-78 | Аммоний сернокислый. Технические условия |
| ГОСТ 5381-72 | Редуктор. Технические условия |
| ГОСТ 6709-72 | Вода дистиллированная. Технические условия |
| ГОСТ 7269-79 | Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести |
| ГОСТ 7702.0-74 | Мясо птицы. Методы отбора образцов. Органолептические методы оценки качества |
| ГОСТ 8625-77 | Манометр. Технические условия |
| ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73) | Азот газообразный и жидкий. Технические условия |

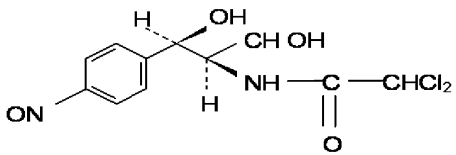
| | |
|---|---|
| ГОСТ 9792-73 | Колбасные продукты и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб |
| ГОСТ 12026-76 | Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия |
| ГОСТ 14261-77 | Кислота соляная концентрированная. Технические условия |
| ГОСТ 15150-69 | Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды |
| ГОСТ 17435-72 | Линейки чертежные. Технические условия |
| ГОСТ 18300-87 | Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия |
| ГОСТ 21400-75 | Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний |
| ГОСТ 24104-2001 | Весы лабораторные. Общие технические требования |
| ГОСТ 24104-2001 | Весы лабораторные. Общие технические требования |
| ГОСТ 25336-82 | Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры |
| ГОСТ 27583-88 | Яйца куриные пищевые. Технические условия |
| ГОСТ 29225-91 (ИСО 1775-75) | Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний. |
| ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) | Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования |
| ГОСТ Р 8.563-96 | Методики выполнения измерений |
| ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 | Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения |
| ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 | Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике |

**ГОСТ 24104-88 (Заменен, Изм. №1)**
**ГОСТ Р ИСО 5725 (Введен дополнительно, Изм. №1)**

## *3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ*

Сущность методики состоит в переводе левомицетина из проб яиц, мяса в раствор, кислотном гидролизе и осаждения белка из гидролизата с последующим вольтамперометрическим (ВА) определением массовой концентрации левомицетина.

Структурная формула левомицетина (хлорамфеникола, D-(-)-трео-1-n-нитрофенил-2-дихлорацетамино-пропандиола-1,3) имеет вид:




Метод ВА измерения основан на способности левомицетина восстанавливаться на индикаторном ртутно-пленочном электроде в растворе фонового электролита, 0,10 моль/дм$^3$ $(NH_4)_2SO_4$ в области потенциалов от -0,45 В до -0,95 В. Содержание левомицетина определяют по высоте пика, регистрируемого при потенциале (-0,60 ± 0,05) В относительно хлоридсеребряного электрода в дифференциальном режиме съемки вольтамперограмм. Массовую концентрацию левомицетина в пробе определяют методом добавок аттестованных смесей левомицетина. В качестве рабочих стандартных образцов используют серийное лекарственное вещество левомицетин, соответствующее требованию Фармакопейной статьи 42-2482-95.

***Общая схема анализа методом ИВ состоит из следующих этапов:***



## *4 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА*

4.1 Методика выполнения измерений массовых концентраций левомицетина в пробах яиц, мяса и субпродуктах методом инверсионной вольтамперометрии обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1А.

Таблица 1А – Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон определяемых концентраций, мг/кг | Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r\left(\overset{0}{\delta}\right)$, % | Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R\left(\overset{0}{\delta}\right)$, % | Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\delta$,% |
|---|---|---|---|---|
| Яйца. Мясо и субпродукты | **Левомицетин** От 0,006 до 0,100 включ. | 10 | 16 | 40 |

4.2 Значения показателя точности методики используют при:
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

**(Измененная редакция, Изм. №1)**
**Таблица 1 (Исключена, Изм. №1)**
**Таблица 1 А (Введена дополнительно, Изм. №1)**

## *5 ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ*

### *5.1 Условия безопасного проведения работ*

5.1.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами.

5.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

5.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

***5.2 Требования к квалификации операторов***

Измерения может проводить химик-аналитик, владеющий техникой вольтамперометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

***5.3 Условия выполнения измерений***

Измерения проводят в нормальных лабораторных условиях:

- Температура окружающего воздуха (25 ± 10) °С;
- Атмосферное давление (97 ± 10) кПа;
- Относительная влажность (65 ± 15) %;
- Частота переменного тока (50 ± 5) Гц;
- Напряжение в сети (220 ± 10) В.

## *6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ*

Метод отбора проб яиц, мяса и субпродуктов на анализ проводят в соответствии с ГОСТ 7269, ГОСТ 27583. Пробы мяса, яиц анализируют в течение рабочего дня, так как левомицетин со временем разлагается (происходит уменьшение его концентрации).

Образцы проб мяса и субпродуктов хранят в морозильной камере холодильника, образцы проб яиц в холодильнике.

## *7 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ*

При проведении количественного химического анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, материалы и реактивы:

***7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование в зависимости от выбранного варианта***

7.1.1 Полярограф (ПУ или другой) в комплекте с двухкоординатным самописцем и цифровым вольтметром типа Ф-203 [2];

– или комплекс СТА аналитический вольтамперометрический [3] в комплекте с IBM-совместимым компьютером (порядок работы приведен в Приложении Б);

Допускается использовать другое оборудование и приборы, позволяющие воспроизводить технические и метрологические характеристики, указанные в данной методике анализа.

7.1.2 Электрохимическая ячейка (или электрохимический датчик) в состав которой входят:

- электроды:
  * индикаторный электрод – ртутно-пленочный с рабочей поверхностью 15 ÷ 20 мм$^2$;
  * электрод сравнения - хлоридсеребряный (х.с.э) с сопротивлением не более 3,0 кОм ;
  * вспомогательный электрод - хлоридсеребряный (х.с.э.) с сопротивлением не более 3,0 кОм.
- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 20,0 ÷ 25,0 см$^3$;
- трубка для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

7.1.3 Редуктор по ГОСТ 5381 с манометром (250±1) атм. по ГОСТ 2405.

7.1.4 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

7.1.5 Дозаторы пипеточные емкостью 0,01÷1,00см$^3$ (10÷1000мкл) с дискретностью установки доз 1 или 2 мкл.

7.1.6 Шланги полиэтиленовые для подвода газа к ячейке.

7.1.7 Центрифуга лабораторная марки Опн-8.

7.1.8 Аппарат для бидистилляции воды (стеклянный) по ГОСТ 15150 или [4].

7.1.9 Линейка мерительная по ГОСТ 17435.

### *7.2 Посуда*

7.2.1 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности вместимостью 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 10,0 см$^3$ по ГОСТ 29227.

7.2.2 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 или посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770: колбы наливные вместимостью 25,0; 50,0; 100,0; 1000 см$^3$; цилиндры вместимостью 10,0; 25,0 см$^3$; пробирки мерные вместимостью 10,0; 15,0 см$^3$.

7.2.3 Кварцевые стаканчики вместимостью 20 ÷ 25 см$^3$.

7.2.4 Пробирки для центрифугирования из стекла или пластмассовые вместимостью 20,0 см$^3$.

7.2.5 Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 100,0 и 250,0 см$^3$.

### *7.3 Реактивы и материалы*

7.3.1 Левомицетин (сухой порошок с содержанием основного вещества не менее 98,5%), соответствующий ФС 42-2482-95.

7.3.2 Спирт этиловый высшей очистки по ГОСТ 18300.

7.3.3 Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 14261.

7.3.4 Калия хлорид по [4].

7.3.5 Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769 х.ч.

7.3.6 Азот газообразный по ГОСТ 9293 или другой инертный газ (аргон, гелий) с содержанием кислорода не более 0,03%.

7.3.7 Вода бидистиллированная по [5].

7.3.8 Бумага индикаторная универсальная (pH 1÷ 14).

7.3.9 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтры обеззоленные (зеленая лента).

7.3.10 Бумага масштабно-координатная

Все реактивы должны быть квалификации ОСЧ или ХЧ.

## *8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ*

### *8.1 Подготовка приборов к работе*

Подготовку и проверку полярографа или аналитического вольтамперометрического комплекса СТА (См. Приложения Б), самописца и цифрового вольтметра проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующего прибора.

8.1.1 Устанавливают следующий режим работы серийного полярографа ПУ-1 в режиме дифференцирования:

- трехэлектродную систему измерений;
- постояннотоковый режим регистрации вольтамперограмм с последующим дифференцированием;
- катодную развертку потенциала.

| | |
|---|---|
| Поляризующее напряжение, В | -0,45 |
| Потенциал начала регистрации вольтамперной кривой, В | -0,45 |
| Конечное напряжение развертки, В | -0,95 |
| Потенциал очистки (дорастворение) электрода, В | -0,95 |
| Время очистки, с | 10...15 |
| Скорость линейного изменения потенциала, мВ/с | 10…25 |
| Чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы (в зависимости от содержания вещества в анализируемой пробе и поверхности электрода), А/мм | $5.10^{-10}$… $1.10^{-9}$ |
| Время электролиза, с | 30 |

### *8.2 Подготовка лабораторной посуды*

8.2.1 Новую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промывают многократно бидистиллированной водой и высушивают. Сменные кварцевые стаканчики хранят закрытыми калькой в сухом виде.

8.2.2 Проверку стаканчиков для анализа на чистоту проводят путем регистрации вольтамперограмм раствора фонового электролита по 9.1

после многократного ополаскивания их бидистиллированной водой и фонового электролита.

Посуда считается чистой, когда получают аналитические сигналы органического соединения в раствор фонового электролита, равные или близкие к нулю (не более 2 мм при чувствительности прибора $5 \cdot 10^{-10}$ А/мм).

### *8.3 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения*

8.3.1 Подготовка индикаторного ртутно-пленочного электрода

Индикаторный ртутно-пленочный электрод представляет собой фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 2,0 мм длиной 9 – 10 мм, площадь поверхности составляет около 20,0 мм$^2$ (поставляется потребителю в готовом виде). Для подготовки электрода к работе необходимо нанести на поверхность серебра пленку ртути. Покрытие ртутью производят путем опускания рабочей части электрода (серебряной проволоки) в металлическую ртуть на 2 - 3 с, затем ртуть растирают фильтровальной бумагой для равномерного распределения по поверхности серебра. В том случае, если на конце серебряной проволоки "свисает" избыточное количество ртути в виде капли, ее необходимо удалить стряхиванием в бюкс с ртутью. Электрод промывают бидистиллированной водой. Процедуру амальгамирования рабочей поверхности электрода повторяют при появлении незаамальгамированных участков на поверхности электрода. При образовании серого налета на поверхности, электрод протирают фильтровальной бумагой.

8.3.2 Подготовка к работе электрода сравнения

В качестве электрода сравнения используют хлоридсеребряный электрод. Новый хлоридсеребряный электрод сравнения заполняют насыщенным раствором хлорида калия, закрывают пробкой из фильтровальной бумаги и выдерживают не менее 48 часов для установления равновесного значения потенциала. После проведения анализов электрод хранят, погрузив его в насыщенный раствор хлорида калия.

8.3.3 Проверку работы индикаторного ртутно-пленочного электрода и электрода сравнения проводят в соответствии с 9.1 настоящей методики.

### *8.4 Приготовление растворов*

8.4.1 Фоновый раствор электролита аммония сернокислого ($(NH_4)_2SO_4$) концентрации 0,10 моль/дм$^3$

На аналитических весах взвешивают навеску 13,20 г с точностью 0,01 г аммония сернокислого и помещают в колбу вместимостью 1000,0 см$^3$, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят до метки бидистиллированной водой.

8.4.2 Основным раствором (ОР) левомицетина является рабочий стандартный раствор левомицетина (аттестованная смесь – АС) концен-

трации 1000,0 мг/дм$^3$, приготовленный из сухого порошка левомицетина, удовлетворяющего требованию Фармакопейной статьи 42-2482-95.

Основной раствор, содержащий 1000,0 мг/дм$^3$ левомицетина, готовят следующим образом: на аналитических весах взвешивают навеску (0,1000±0,0001) г левомицетина, переносят в колбу вместимостью 100,0 см$^3$, растворяют в небольшом количестве этилового спирта и доводят до метки этиловым спиртом.

Основной раствор левомицетина концентрации 1000,0 мг/дм$^3$ устойчив в течение трех месяцев.

8.4.3 При наличии ГСО растворов определяемого вещества (левомицетина) основные растворы готовят из соответствующего ГСО по инструкции по приготовлению раствора.

8.4.4 Аттестованные смеси серий АС-1, АС-2, АС-3, АС-4, АС-5 с содержанием левомицетина 100,0; 10,0; 5,0; 2,0 и 0,5 мг/дм$^3$ готовят соответствующим разбавлением исходных растворов в мерных колбах или мерных пробирках этиловым спиртом, согласно таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Приготовление аттестованных смесей

| Концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/дм$^3$ | Отбираемый объем, см$^3$ | Объем мерной посуды, см$^3$ | Концентрация приготовленного раствора АС, мг/дм$^3$ | Код полученного (АС) раствора левомицетина |
|---|---|---|---|---|
| 1000,0 | 2,50 | 25,0 | 100,0 | АС-1 |
| 100,0 | 2,50 | 25,0 | 10,0 | АС-2 |
| 10,0 | 12,50 | 25,0 | 5,0 | АС-3 |
| 10,0 | 5,00 | 25,0 | 2,0 | АС-4 |
| 2,0 | 2,50 | 10,0 | 0,5 | АС-5 |

АС-1 устойчив в течение 30 дней при хранении под темным колпаком в холодильнике при температуре 2 ÷ 5$^0$С;

АС-2 - устойчив в течение 7 дней при хранении под темным колпаком в холодильнике при температуре 2 ÷ 5$^0$С;

АС-3, АС-4 и АС-5 - устойчивы в течение одного дня.

8.4.6 Раствор соляной кислоты концентрации 0,10 моль/дм$^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ вносят небольшой объем (примерно 100 см$^3$) бидистиллированной воды, затем перегнанную соляную кислоту концентрации 6,0 моль/дм$^3$ объемом 16,7 см$^3$, перемешивают и доводят до метки бидистиллированной водой.

***8.5 Подготовка проб мяса и субпродуктов***

В коническую колбу вместимостью 250,0 $см^3$ вносят навеску пробы гомогенизированного мяса или субпродукта (5,00 – 10,0) г, взвешенную с точностью до 0,01 г.

8.5.1 Добавляют 5,0 $см^3$ этилового спирта; 20,0 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 0,10 моль/$дм^3$. Смесь встряхивают в течение 10 - 15 мин, переносят в пробирки для центрифугирования и центрифугируют в течение 15 мин при скорости вращения 6000 об/мин. Центрифугат отфильтровывают через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100,0 $см^3$. Затем в колбу с фильтратом добавляют (3,0 ÷ 5,0) г аммония сернокислого. Содержимое колбы встряхивают в течение 5 – 10 мин.

8.5.2 Полученную смесь переносят в пробирки для центрифугирования и центрифугируют 15 мин при скорости 6000 об/мин. Затем центрифугат отфильтровывают через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100,0 $см^3$.

Для анализа берут аликвоту полученного фильтрата пробы объемом 1,0 ÷ 5,0 $см^3$ (в зависимости от содержания левомицетина в мясе или яйце).

***8.6 Подготовка проб яиц***

Содержимое из разбитого яйца помещают в любую посуду (стакан, чашку и т.п.), тщательно перемешивают и взбивают яйцо до однородной массы. В коническую колбу вместимостью 250,0 $см^3$ вносят навеску пробы гомогенизированного яйца (5,0 – 10,0) г, взвешенную с точностью до 0,01 г.

Далее подготовку пробы проводят аналогично 8.5.1, 8.5.2.

**8.4.5 (Удален, Изм.№1)**

## *9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ*

При проведении анализов проб яйца, мяса или субпродуктов для определения массовой концентрации левомицетина методом ВА необходимо выполнять следующие операции на примере серийных полярографов ПУ-1 и др.:

***9.1 Проверка стаканчиков, фонового электролита и электрода на чистоту***

9.1.1 В приготовленный по 8.2. кварцевый стаканчик вместимостью 20,0 – 25,0 $см^3$ с помощью пипетки вносят 10,0 $см^3$ раствора фонового электролита аммония сернокислого концентрации 0,10 моль/$дм^3$. Стаканчик с полученным фоновым электролитом помещают в электрохимическую ячейку.

9.1.2 Опускают в раствор индикаторный электрод и электрод сравнения и подключают их к соответствующим клеммам прибора, устанавливают потенциал -0,45 В.

9.1.3 Устанавливают чувствительность прибора $5*10^{-10}$....$1*10^{-9}$ А/мм и включают режим дифференцирования. Включают инертный газ и продувают раствор фонового электролита без наложения потенциала в течение 300 с.

9.1.4 Не отключая газ, проводят процесс электронакопления при потенциале -0,45 В в течение 30 с при перемешивании раствора.

9.1.5 По окончании электролиза отключают газ и через 20 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от -0,45 В до -0,95 В. Потенциал катодного пика левомицетина находится при потенциале (-0,60 ± 0,05) В.

9.1.6 Останавливают потенциал при -0,95 В и проводят дорастворение примесей с поверхности электрода при перемешивании раствора в течение 10 ÷ 15 с.

9.1.7 Операции по 9.1.4...9.1.6 повторяют два - три раза.

9.1.8 При наличии на вольтамперограмме сигнала органического вещества менее 2 мм стаканчик, фоновый электролит и индикаторный электрод считают готовыми к проведению анализа. В противном случае проводят очистку электрода или стаканчика и повторяют операции по 9.1.1.....9.1.7.

9.1.9 Отключают электроды от прибора, вынимают стаканчик с раствором из ячейки или датчика и выливают содержимое стаканчика в сосуд для слива.

***9.2 Анализ пробы***

9.2.1 В стаканчик, подготовленный к проведению измерений по 9.1, помещают аликвоту фильтрата объемом 1,0 – 5,0 $см^3$ анализируемой пробы, подготовленной к измерению по 8.5 и доводят объем пробы до 10,0 $см^3$ бидистиллированной водой.

9.2.2 Помещают стаканчик с анализируемым раствором в электрохимическую ячейку или датчик.

9.2.3 Повторяют последовательно операции по 9.1.2...9.1.6.

9.2.4 Если высота катодного пика левомицетина (потенциал пика (-0,60 ± 0,05) В) будет превышать 200 мм, то необходимо изменить чувствительность прибора (загрубить). Если высота катодного пика вещества будет меньше 5 мм, то необходимо увеличить чувствительность прибора.

9.2.5 Операции по 9.1.4...9.1.6 повторяют три раза.

9.2.6 Измеряют высоты катодных пиков определяемого компонента.

9.2.7 В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки или дозатора вносят добавку аттестованной смеси левомицетина в таком объеме, чтобы высота пика на вольтамперной кривой увеличилась примерно в два раза по сравнению с первоначальной.

Добавку вносят в малом объеме, чтобы предотвратить изменение концентрации раствора фонового электролита. Рекомендуемые добавки аттестованных смесей известной концентрации и чувствительность прибора приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Рекомендуемые добавки ***аттестованных смесей*** левомицетина и чувствительность прибора при регистрации вольтамперограмм при анализе проб яйца, мяса или субпродуктов

| Диапазон определяемых концентраций левомицетина, мг/кг | 0,006.....0,05 | 0,05...0,100 |
|---|---|---|
| Время электролиза, с | 30 | 30 |
| Навеска, г | 10,0 | 10,0 |
| Объем растворенной пробы, $см^3$ | 25,0 | 25,0 |
| Объем аликвоты раствора пробы, $см^3$ | 5,0 | 5,0 |
| Концентрация АС левомицетина для добавок, $мг/дм^3$ | 0,5 | 0,5...10,0 |
| Рекомендуемый объем добавки АС левомицетина, $см^3$ | 0,02...0,20 | 0,2...0,02 |
| Чувствительность прибора, А/мм | $5.10^{-10}$ | $1.10^{-9}$ |

9.2.8 Проводят электронакопление и регистрацию вольтамперограмм по 9.1.4...9.1.6 три раза.

9.2.9 Измеряют высоты катодных пиков левомицетина в пробе с добавкой АС.

9.2.10 Выливают содержимое стаканчика в сосуд для слива.

9.2.11 Стаканчик промывают бидистиллированной водой, затем протирают влажным фильтром, добавив небольшое количество питьевой соды, промывают бидистиллированной водой и раствором фонового электролита.

9.2.12 Операции по 9.2.1...9.2.12 проводят для каждой из параллельных анализируемых проб в одинаковых условиях.

9.2.13 При выполнении измерений по настоящей методике рекомендуется ведение записей условий анализа в рабочем журнале и регистрация вольтамперограммы на ленте самописца с указанием пробы и условий анализа согласно таблице 4.

Т а б л и ц а 4 - Рекомендуемая форма записи результатов измерений при анализе проб

| Определяе-мый компонент | Анализируемая проба (характеристика, номер, дата...) | Условия измерений (чувствительность; время электролиза ; объем аликвоты) | Высота пика компонента в пробе, мм, или ток, А | Добавка АС: Vд $см^3$, $С_{доб}$ $мг/дм^3$ | Высота пика компонента после добавки АС, мм, или ток, А |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | |
| | | | | | |

**9.1.1 (Измененная редакция, Изм. №1).**

## *10 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА*

При использовании полярографов в комплекте с самописцем обработку результатов измерений аналитических сигналов определяемого компонента, расчет массовых концентраций компонента в анализируемой пробе (мг/кг) проводят следующим образом:

***10.1 Расчет величин максимальных катодных токов (аналитических сигналов)***

10.1.1 Для определяемого компонента рассчитывают среднее из трех значений аналитических сигналов, полученных при трехкратной регистрации вольтамперограммы пробы.

10.1.2 По средней высоте катодного пика для данного компонента вычисляют значение максимального катодного тока левомицетина по формуле (1):

$$I_i = h_i \cdot \alpha , \qquad (1)$$

где индекс $i$ относится к анализируемой пробе ($i$ =1) и к пробе с добавкой АС компонента ($i$ =2);

$I_i$ - величина максимального катодного тока данного компонента в данной пробе, А;

$h_i$ - средняя высота катодного пика компонента на вольтамперограмме, мм;

$\alpha$ - чувствительность прибора при регистрации данного пика, А/мм.

Такой расчет проводят как для вольтамперных кривых при регистрации анализируемой пробы ($i$ =1), так и для анализируемой пробы с добавкой аттестованной смеси компонента ($i$ =2).

10.1.3 Если регистрация вольтамперограмм пробы и пробы с добавкой АС компонента проводится без изменения чувствительности прибора и самописца, то операции по 10.1.2 не проводят, используют в дальнейших расчетах величины высот пиков вместо токов пиков.

### *10.2 Расчет содержания компонента в пробе*

10.2.1 Расчет содержания *левомицетина* в анализируемой пробе проводится по формуле (2):

$$X_i = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д \cdot V_{пр}}{(I_2 - I_1) \cdot m \cdot V_{ал}}, \qquad (2)$$

где: $X_i$ – содержание *левомицетина* в анализируемой пробе, мг/кг;

$C_Д$ – концентрация аттестованной смеси левомицетина, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм$^3$;

$V_Д$ – объем добавки АС левомицетина, см$^3$;

$I_1$ – величина максимального катодного тока левомицетина в анализируемой пробе, А;

$I_2$ – величина максимального катодного тока левомицетина в пробе с добавкой АС, А;

m – масса анализируемой пробы, г;

$V_{пр}$ – объем растворенной пробы, равный 25,0 см$^3$;

$V_{ал}$ – объем аликвоты раствора пробы, взятой для ВА измерения, см$^3$.

Таким образом получен результат анализа первой параллельной пробы – $X_1$.

10.2.2 Аналогичные вычисления проводят для второй параллельной анализируемой пробы. Получают соответственно значения $X_2$.

10.2.3 При использовании ***вольтамперометрического анализатора*** в комплекте с компьютером регистрацию и обработку результатов измерений аналитических сигналов и расчет массовых концентраций элемента в пробе (мг/кг) выполняет система сбора и обработки данных анализатора.

### *10.3 Проверка приемлемости результатов измерений*

10.3.1 Проверяют приемлемость полученных результатов параллельных определений. Расхождение между полученными результатами двух параллельных анализируемых проб не должно превышать предела

повторяемости *r*. Значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений приведено в таблице 5 А.

Таблица 5 А - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности Р=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых концентраций | Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r* | Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений), $r^*$ |
|---|---|---|---|
| Яйца, мясо и субпродукты | **Левомицетин** От 0,006 до 0,100 мг/кг, включ. | 0,28 · $\overline{X}$ | 0,31 · $\overline{X}$ |
| $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента | | | |

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \qquad (3)$$

Абсолютное значение предела повторяемости рассчитывается для среднеарифметического значения результатов двух параллельных определений

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \qquad (4)$$

При выполнении условия (3) значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого компонента в пробе.

10.3.2 При превышении предела повторяемости (*r*) необходимо дополнительно использовать результат третьего параллельного определения резервной пробы. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов трех параллельных определений равен или меньше предела повторяемости $r^*$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений. Значения предела повторяемости ($r^*$) для трех результатов параллельных определений приведены в таблице 5 А

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше $r^*$, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или разделу А.2 приложения А настоящего документа на методику.

***10.4 Оформление результатов измерений***

10.4.1 Результаты измерений хранят в памяти компьютера (при использовании компьютеризированного вольтамперометрического анализатора) или оформляют записью в журнале. При этом приводят сведения об анализируемой пробе, условиях измерений, дате получения результата измерений. Запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

10.4.2 Результат измерения (анализа) в документах, выдаваемых лабораторией, представляют в следующих видах:

$\overline{X} \pm \Delta$ , мг/кг , P=0,95

или $\overline{X} \pm \Delta_{Л}$ , мг/кг, P=0,95, при условии $\Delta_{Л} \leq \Delta$,

где: $\overline{X}$ – результат измерения, полученный в соответствии с настоящим документом на методику выполнения измерений;

$\pm \Delta_{Л}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории;

$\pm \Delta$ – значения характеристики погрешности настоящей методики выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле

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

где $\delta$ - относительное значение показателя точности (характеристики погрешности) методики, приведенное в таблице 1 А.

***Примечание:*** Характеристику погрешности результатов измерений при реализации методики в лаборатории допускается устанавливать по формуле

$$\Delta_{Л} = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (6)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 13.3 и 13.4 настоящего документа.

**(Измененная редакция, Изм. №1).**
**Таблица 5 Исключена (Изм. №1).**
**Таблица 5 А Введена дополнительно (Изм. №1).**
**11 Исключен (Изм. №1).**
**12 Введен дополнительно (Изм. №1)**

## *12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ*

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

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности результатов анализа при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

***12.2 Оперативный контроль процедуры анализа (выполнения измерений) проводят:***

- при внедрении методики выполнения измерений в лаборатории;
- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса анализа (например, при смене партии реактивов, после ремонта прибора, при длительном промежутке времени между анализами и т.д.).

Оперативный контроль процедуры анализа проводит сам исполнитель с целью проверки его готовности к проведению анализа рабочих проб.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или по приложению А настоящего документа на методику.

12.3 Одной из форм ***контроля стабильности результатов анализа*** является контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории с использованием контрольных карт, реализуемый

- путем контроля и поддержания на требуемом уровне погрешности результатов измерений;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне внутрилабораторной прецизионности;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне повторяемости результатов параллельных определений.

12.4 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований раздела 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике» или по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов анализа возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

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

**12 Введен дополнительно (Изм. №1).**

## *13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРАТОРИЙ*

13.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m=2), проводят с учетом требований 5.3.2.1 ГОСТ Р ИСО 5725-6 по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 6 А, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с 5.3.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6 .

Расхождение между результатами измерений, полученных в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 6 А.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 6 А - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых концентраций | Предел воспроизводимости (для двух результатов), $R$ |
|---|---|---|
| Яйца, мясо и субпродукты | **Левомицетин** От 0,006 до 0,100 мг/кг, включ. | $0{,}45 \cdot \overline{\overline{X}}$ |
| $\overline{\overline{X}}$ - среднеарифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях | | |

13.2 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

**13 Введен дополнительно (Изм. №1).**

**Таблица 6 А (Введена дополнительно, Изм. №1).**

## *Приложение А*

### *Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа*

#### *А.1 Общие положения*

А.1.1 Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет непосредственно исполнитель на основе информации, получаемой при реализации отдельно взятой контрольной процедуры с использованием средств контроля.

А.1.2 Роль средств контроля выполняют:

- образцы для контроля (АС по МИ 2334-2002 «Смеси аттестованные. Общие требования к разработке») ;
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава.

А.1.3 Схема оперативного контроля процедуры анализа предусматривает:

- реализацию контрольной процедуры;
- расчет результата контрольной процедуры;
- расчет норматива контроля;
- сравнение результата контрольной процедуры с нормативом контроля;
- принятие решения по результатам контроля.

#### *А.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов контрольных измерений*

А.2.1 Получают два результата параллельных определений любого средства контроля (по А.1.2).

А.2.2 Реализуют схему контроля повторяемости (по А.1.3), получая два результата параллельных определений. Результат контрольной процедуры равен

$$r_k = |X_1 - X_2| . \qquad (А.1)$$

Норматив контроля повторяемости равен пределу повторяемости $r$ при n=2, значение которого приведено в таблице 5 А.

Проверяют условие

$$r_K \le r . \qquad (А.2)$$

А.2.3 Если условие (А.2) выполняется, то рассчитывают результат контрольной процедуры анализа как среднее арифметическое из результатов двух параллельных определений.

Если $r_K > r$, то делают повторную контрольную процедуру, получая заново два результата параллельных определений.

При повторном превышении предела повторяемости процедуру анализа прекращают и выясняют причины, приводящие к неудовлетвори-

тельным результатам.

***А.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа в условиях внутрилабораторной прецизионности***

А.3.1 Образцами для выполнения данной процедуры являются средства контроля по А.1.2 приложения А. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему (массы), необходимому для проведения измерений. Отобранный объем (масса) делят на две части и анализируют в соответствии с требованиями настоящего стандарта в условиях внутрилабораторной прецизионности или различными операторами, или в различное время, или с использованием различных средств измерений и т.д., при соблюдении условий и сроков хранения проб.

Получают соответственно $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$.

А.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры

$$R_{ЛК} = \left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right|. \quad (А.3)$$

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

$$R_{Л} = 0,84 \cdot R, \quad (А.4)$$

где $R$ – значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 6 А,

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов, полученных в условиях внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности.

А.3.3 Результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности ($\overline{X_1}, \overline{X_2}$), считают удовлетворительными при условии

$$R_{ЛК} \le R_{Л}. \quad (А.5)$$

А.3.4 При выполнении условия (А.5) общее среднее арифметическое $\overline{\overline{X}}$ представляют в качестве результата контрольной процедуры.

При невыполнении условия (А.5) измерения повторяют.

При повторном невыполнения условия (А.5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

***А.4 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок***

А.4.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля Кд.

А.4.2 Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$K_K = \left| \overline{X}^{/} - \overline{X} - C \right|, \qquad \text{где} \qquad (А.6)$$

$\overline{X}^{/}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации компонента в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*. Значение *r* приведено в таблице 5 А.

$\overline{X}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации компонента в пробе без добавки - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*;

С - величина добавки.

***Примечание.*** Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от массовой концентрации компонента в пробе без добавки.

А.4.3 Норматив оперативного контроля Кд рассчитывают по формуле

$$K_Д = \sqrt{\Delta_{л\overline{X}^{/}}^{2} + \Delta_{л\overline{X}}^{2}}, \qquad \text{где} \qquad (А.7)$$

$\Delta_{л\overline{X}^{/}}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации компонента в пробе без добавки и в пробе с добавкой соответственно.

При установлении $\Delta_П$ можно использовать примечание в разделе 10.3.2 настоящего документа.

А.4.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$Кк \le Кд . \qquad (А.8)$$

При невыполнении условия (А.8) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

**А.5** ***Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля***

А.5.1 Образцами для контроля являются рабочие пробы анализируемых объектов с отсутствием данного компонента или малой концентрацией компонента, в которые введена точная концентрация искомого компонента (аттестованная характеристика – *С*). Компонент концентрации *С* вводят в пробу до стадии пробоподготовки.

А.5.2 Алгоритм проведения контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $К_к$, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля – *Х* и его аттестованным значением – *С*, с нормативом оперативного контроля точности – *К*.

Результат контрольной процедуры равен

$$K_K = \left|\overline{X} - C\right|. \qquad (А.9)$$

Норматив контроля точности К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_Л = 0{,}84 \cdot \Delta. \qquad (А.10)$$

А.5.3 Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$Кк \le К\ . \qquad (А.11)$$

При невыполнении условия (А.11) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам».

**Приложение А (Измененная редакция, Изм. №1).**

**Таблицы А1, А2, А3 исключены (Изм. №1).**

## *ПРИЛОЖЕНИЕ Б*

***выполнение измерений массовой концентрации левомицетина с использованием комплекса аналитического вольтамперометрического СТА*** *(программное обеспечение DOS)*

Комплекс СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный прибор.

Б.1 После приготовления нового ртутно-пленочного электрода его работу проверяют по ***контрольным пробам левомицетина***.

Для этого проводят следующие операции:

Из команды «ВЫБОР» выбирают файл «LE».

Б.1.1 Загружают или создают трассу анализа со следующими параметрами:

**Трасса «LE»**

<table>
<tr><td>Ячейки</td><td colspan="5">1 - Вкл. 2 – Вкл. 3 - Вкл.</td><td>Тип развертки</td></tr>
<tr><td>Этапы</td><td>Время</td><td>Потенциал</td><td>УФО</td><td>Газ</td><td>Меш.</td><td rowspan="6">Накопительная<br><br>Шаг - 4<br>Амплитуда – 0<br>Задержка 1 -25<br>Задержка 2 - 0<br>Заполнение - 0<br>Потенциал - 0,0<br><br>I рез = I 1 – I 2<br>График разв.</td></tr>
<tr><td>1. Подготовка раствора</td><td>300 с</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>2. Обработка раствора</td><td>0</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>3. Обработка электрода</td><td colspan="2">0 с<br>Цикл мс 1: 0,000<br>0 2 : 0,000</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>4. Очистка электрода</td><td>0 с</td><td>-0,950</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>5. Накопление</td><td>30 с</td><td>-0,450</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл</td></tr>
<tr><td>6. Успокоение</td><td>20 с</td><td>-0,450</td><td colspan="3">Отключено</td><td rowspan="4"></td></tr>
<tr><td>7. Развертка</td><td>Скорость 30 мВ/с</td><td>-0,950</td><td colspan="3">Отключено</td></tr>
<tr><td colspan="4">Число циклов – 5<br>Множитель - 1· $10^{-10}$<br>Производная–Вкл. Циклическая- Выкл.<br>Инверсия – Вкл. Реверс – Выкл.<br>Фильтр – 30</td><td colspan="3">Сплайн-разметка Выкл.<br>Вычитание ФОНа 0%</td></tr>
<tr><td colspan="6">Диапазоны поиска пиков элементов:<br>Элемент LE<br>Потенциал -0,600<br>Зона [+/- мВ] 70</td></tr>
</table>

Б.1.2 Стаканчик с раствором фонового электролита – аммония сернокислого концентрации 0,10 моль/дм$^3$ объемом 10,0 см$^3$ помещают в анализатор.

Б.1.3 Устанавливают электроды:
Ртутно-пленочный (катод) – в гнездо РЭ,
Хлоридсеребряный (анод) – в гнездо ВЭ,
Хлоридсеребряный (электрод сравнения) – в гнездо ХСЭ,
Трубочки для подачи газа.

Б.1.4 Опускают электроды в раствор фонового электролита и запускают команду «ФОН» (См. «Руководство пользователя»).

Б.1.5 Снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку («УСРЕДНЕНИЕ»).

Б.1.6 Запускают команду «ВЫХОД».

Б.1.7 Переходят в команду «ПРОБЫ».

Б.1.8 Вводят в стаканчики с раствором фонового электролита 0,02 см$^3$ аттестованного раствора левомицетина концентрации 10,0 мг/дм$^3$. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием левомицетина 0,02 мг/дм$^3$ при объеме пробы 10,0 см$^3$.

Б.1.9 Запускают команду «ПРОБА» (установить курсор на «ПУСК/СТОП», щелкнуть левой клавишей мыши один раз), производят несколько съемок вольтамперных кривых, их обработку («УСРЕДНЕНИЕ») (См. «Руководство пользователя») и переходят в команду «ДОБАВКА» (см. «Руководство пользователя»).

Б.1.10 Вводят в стаканчик с пробой еще одну добавку аттестованного раствора левомицетина объемом 0,02 см$^3$ концентрации 10,0 мг/дм$^3$ и запускают команду «ДОБАВКА».

Б.1.11 Пока комплекс проводит измерения, заполняют таблицу в графе «КОЛИЧЕСТВО».

| | | |
|---|---|---|
| Масса навески | 0.00 [ г ] | |
| Объем пробы | 10,00 [ см$^3$ ] | |
| Объем минерализата | 10,00 [ см$^3$ ] | |
| Объем аликвоты | 10,00 [ см$^3$ ] | |
| ДОБАВКА | | |
| Элемент | Объем добавки АС [ см$^3$ ] | Концентрация АС [ мг/дм$^3$ ] |
| LE | 0,02 | 10,0 |

После обработки вольтамперных кривых добавки («УСРЕДНЕНИЕ») смотрят «СОДЕРЖАНИЕ».

Если расхождение между результатами в ячейках составляет <30%, ртутно-пленочный электрод считают пригодным к работе. После этого приступают к измерению проб в такой же последовательности. Электроды готовы к работе.

***Б.2 Измерения при анализе пробы на содержание левомицетина***

Одновременно проводят анализ двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

Б.2.1 В проверенные на чистоту кварцевые стаканчики вносят аликвоты проб, подготовленных по 8.5 настоящей методики, и доводят объем пробы до 10 $см^3$ бидистиллированной водой.

Б.2.2 Запускают команду «ПРОБА» из колонки «ДЕЙСТВИЯ». Запускают команду «ПУСК». После каждого цикла измерений на экран выводятся очередные вольтамперограммы характерного типа. В результате выполнения серии измерений на экране должно быть по 3-5 вольтамперограмм в каждом из окон вывода, соответствующим ячейкам 1, 2, 3. Не воспроизводимые вольтамперограммы исключают.

Б.2.3 После измерения сигнала LE в пробе выходят из меню действий по пробе и входят в меню "ДОБАВКА". Заполняют таблицу "КОЛИЧЕСТВО" в меню действий по «ДОБАВКЕ». Например:

| | | |
|---|---|---|
| Масса навески | 10,00 [ г ] | |
| Объем пробы | 0,00 [ $см^3$ ] | |
| Объем минерализата | 40,00 [ $см^3$ ] | |
| Объем аликвоты | 10,00 [ $см^3$ ] | |
| ДОБАВКА | | |
| Элемент | Объем добавки АС [ $см^3$ ] | Концентрация АС [ $мг/дм^3$ ] |
| LE | 0,03 | 10,0 |

Б.2.4 Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС левомицетина с такими же параметрами в каждую ячейку и запускают измерение по добавке, нажав "ПУСК" в меню действий по «ДОБАВКЕ».

Если к этому моменту времени комплекс провел измерение и разметка кривых проведена, можно сразу посмотреть результаты анализа в таблице «СОДЕРЖАНИЕ» (см. «Руководство пользователя»).

После завершения всех измерений, исключения выпавших кривых и усреднения результатов - анализ пробы на содержание левомицетина завершен. Окончательный результат можно просмотреть в «Содержание» и занести в «АРХИВ» (см. «Руководство пользователя»).

**Б.1.11 (Измененная редакция, Изм. №1).**

## *ПРИЛОЖЕНИЕ В*

*( информационное )*

Библиография


[1] СанПиН 2.3.2.1078-01 Гигиенические требования к безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов.

[2] ТУ 25-04-1696-75 Вольтметр цифровой. Технические условия

[3] ТУ 4215-001-20694097-98 Комплекс СТА аналитический вольтамперометрический. Технические условия

[4] ТУ 6-09-3678-74 Калия хлорид осч.. Технические условия

[5] ТУ 25-1173.103-84 Вода бидистиллированная. Технические условия

[6] ТУ 25-1173.103-84 Аппарат для бидистилляции воды. Технические условия

# *Инструкция №1*

***выполнение измерений***
***при определении массовой концентрации левомицетина***
***с использованием вольтамперометрического анализатора СТА***
*(программное обеспечение Windows)*

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный вольтамперометрический комплекс.

***1 Электрохимическая ячейка***

- электроды:
  * индикаторный электрод – ртутно-пленочный с рабочей поверхностью 15 - 20 мм$^2$;
  * электрод сравнения – хлоридсеребряный, заполненный насыщенным раствором хлорида калия, с сопротивлением не более 3,0 кОм.
  * вспомогательный электрод - хлоридсеребряный, заполненный насыщенным раствором хлорида калия, с сопротивлением не более 3,0 кОм.
- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 20 - 25 см$^3$;
- трубка для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

***Фоновый электролит – раствор гидрофосфата натрия концентрации 0,10 моль/дм$^3$.***

***2 Загружают файл*** созданной заранее методики «**Левомицетин**» (в главном меню выбирают пункт  Методика / Открыть) или создают новую методику.

**Создание новой методики** (см. «Руководство пользователя» раздел.3.1 «Создание новой методики»). В главном меню выбирают пункт  **Методика / Новая методика.**

Вводят следующие параметры.

**Трасса**

| Методика | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Наименование [ **Левомицетин** ] | | | | | | | |
| **Трасса** | | Развертка | Режим | Элемент | Контроль | | |
| | | Время, с | Потенциал, В | УФО | Газ | Мешалка | Скорость |
| Y | **Подготовка раствора** | **60** | **0,000** | | Y | | |
| | Обработка раствора | 0 | 0,000 | | | | 0 |
| | Обработка электрода | 0 | 0,000 0,000 | | | | |
| Y | **Очистка электрода** | **10** | **-0,950** | | Y | | 0 |
| Y | **Накопление** | **30** | **-0,450** | | Y | | |
| Y | **Успокоение** | **20** | **-0,450** | | | | |
| Y | **Развертка** | 30мВ/с | **-0,45** **-0,95** | | | | |

**Развертка**

| Трасса | **Развертка** | Режим | Элемент | Контроль |
|---|---|---|---|---|
| **Тип развертки** | **[ Ступенчатая]** | **[Форма развертки]** | | |
| **Диапазон тока** | **0,3** мА | | | |
| **Шаг развертки** | **4** мВ | | | |
| **Задержка 1** | **25** % | | | |
| Задержка 2 | % | | | ↓ |
| Начало импульса | % | | | |
| Окончание импульса | % | | ↓ | |
| Амплитуда | мВ | | | |
| **Накопление** | **50** | ↓ | | |

**Режим**

| Трасса | Развертка | **Режим** | Элемент | Контроль |
|---|---|---|---|---|
| Y Ячейка 1 | | Число опытов **[ 3 ]** | Фильтр **60** | |
| Y Ячейка 2 | | | | |
| Y Ячейка 3 | | Схема **[ 3-х электродная]** | Инверсия по току | |
| | | | Инверсия по потенциалу | |
| | | | Y Первая производная | |
| **Разметка** | | | **Форма разметки** | |
| **[ Ручная ]** | | [Автомат ] | **[ Линия ]** | Сплайн |

**Элемент**

| Трасса | Развертка | Режим | **Элемент** | Контроль |
|---|---|---|---|---|
| | Имя | Потенциал, В | Зона, мВ | |
| 1 | **Le** | -0,600 | 70 | |
| 2 | | 0,000 | 0,000 | |

**Сохраняют методику**: или в команде главного меню **«Сохранить методику»** или панели управления  (например **«Левомицетин»**).

### *3 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту*

**Измерение фона.** В три чистых кварцевых стаканчика вносят по 10,0 $см^3$ раствора фонового электролита (***раствор гидрофосфата натрия концентрации 0,10 моль/дм$^3$***). Стаканчики с раствором фонового электролита помещают в электролитическую ячейку, стаканчики помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду «  **ФОН**» (см. «Руководство пользователя» раздел 4.2 «Запуск анализа фонового раствора»).

Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых», ).

При наличии на вольтамперных кривых пиков определяемого компонента высотой более 0,2 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого компонента (или были менее 0,2 мкА).

**Измерение контрольной пробы** (см. «Руководство пользователя» раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»)

В стаканчики с фоновым электролитом вносят пипеткой или дозатором по 0,02 $см^3$ левомицетина концентрации 100,0 мг/$дм^3$. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием 0,20 мг/$дм^3$ при объеме пробы 10 $см^3$ .

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых (см. раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых» ).

**Измерение пробы с добавкой** (см. «Руководство пользователя», раздел 4.7 «Запуск анализа добавки»).

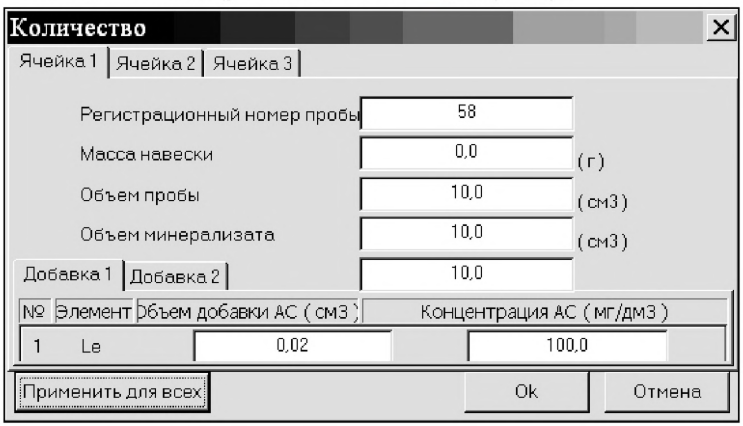
Программой предусмотрена возможность оценки концентрации по одной или двум добавкам АС левомицетина.

Вносят в стаканчики с пробой добавки АС левомицетина объемом 0,02 $см^3$ концентрации 100,0 мг/$дм^3$. Запускают команду **«  Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку.

В окне «Результаты измерения сигналов» отображаются результаты разметки для всех типов вольтамперограмм.

**Расчет массовой концентрации левомицетина в контрольной пробе**

Заполняют таблицу «**Количество**», например:




Для перехода в таблицу «**Концентрация**» в главном окне на панели управления нажимают кнопку – **Окно просмотра результаты анализа.** (См. «Руководство пользователя», раздел 4.9 «Вычисление концентрации»)

Например:

| **Результат анализа** | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Элемент | | Ячейка 1 | Ячейка 2 | Ячейка 3 |
| Le | | 0.193 | 0.201 | 0.194 |
| | | | | |
| Y | **Учитывать фон** | | | |
| | Учитывать Добавку 2 | | | |
| | Вычислять по усредненным вольтамперограммам | | | **Приемлемость** |
| Элемент | | Результат анализа | Доверительная вероятность | |
| Le | | 0,196 ± 0,087 (мг/кг) | P=0,95 | |

Если расхождение между полученными и введенными концентрациями не превышает 30 %, ртутно-пленочные электроды считают пригод-

ными к работе. После этого приступают к измерению при анализе проб в такой же последовательности.

***4 Выполнение измерений при анализе реальной пробы анализируемого продукта на содержание левомицетина***

Одновременно рекомендуется проводить измерения при анализе двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

Стаканчики с пробой анализируемого объекта, подготовленные для измерения по разделу «Подготовка пробы» методики количественного химического анализа, помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы**» (см. Руководство пользователя раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»). Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»).

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС левомицетина в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза.

Запускают команду **«**  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

При необходимости в стаканчики с пробой вводят такую же вторую добавку АС левомицетин, запускают команду **«**  **Получение вольтамперограмм пробы с двумя добавками»**, снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку.

В окне «Просмотр результатов измерения сигнала»  смотрят результаты разметки для всех типов вольтамперограмм во всех 3-х ячейках (после второй добавки).

**Вычисление массовых концентраций определяемых элементов**

В таблице «**Количество**»  для каждой активной ячейки указывают: массу навески или объем пробы, объем минерализата, пошедший на растворение пробы, и объем аликвотной части подготовленной к анализу пробы.

Нажимают кнопку –  Окно просмотра результатов анализа в главном окне на панели управления.

В таблице представлены значения массовых концентраций левомицетина для каждой из параллельных проб. Нажимают кнопку [Приемлемость], в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа.

**Сохранение документа**

Для сохранения документа на панели управления нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт Документ/Сохранить в архиве. (См. «Руководство пользователя», раздел 5 «Работа с документом»).

Для печати вольтамперных кривых на принтере нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт Документ / Печать графиков (См. «Руководство пользователя», раздел 6 «Печать»).

Данные результата анализа могут быть распечатаны в виде протокола в формате *Microsoft ® Word* по существующему шаблону отчета (См. «Руководство пользователя», раздел 7.2). Так же возможно создание шаблона по требуемому типу оформления отчета (См. «Руководство пользователя», раздел 7.1).

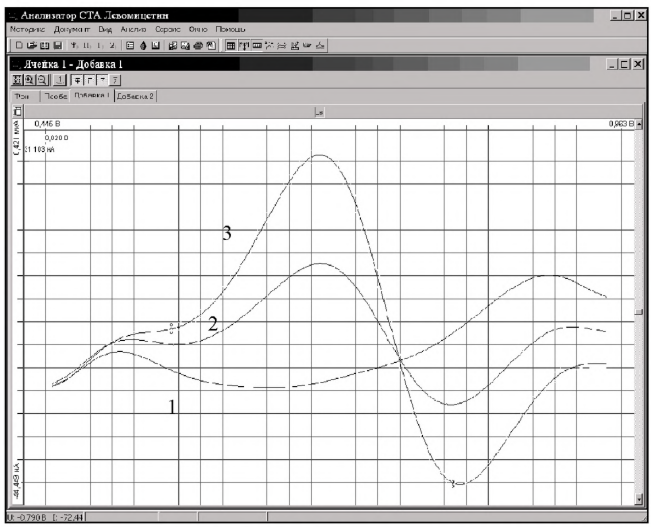



*Рисунок. Вольтамперограмма определения левомицетина в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой (3) АС левомицетина*

**ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**
**ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"**
**АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА**
**НИЛ МИКРОПРИМЕСЕЙ ТПУ и ТЦСМ**
(свидетельство об Аккредитации № РОСС RU 01.00017 от 25.12.95)

## СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ
(№ 08-47/106)

Методика выполнения измерений массовой концентрации левомицетина методом вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и ООО ВНПФ "ЮМХ" и регламентированная в МУ 08-47/106 (по реестру метрологической службы)

**Яйца. Мясо и субпродукты убойных животных. Определение массовых концентраций левомицетина методом вольтамперометрии**

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования методики выполнения измерений.

В результате аттестации МВИ установлено, что данная методика обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

**1**. Диапазон измерений, значения характеристики относительной погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых концентраций, X, мг/кг | Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), ± δ, % | Характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей), $\sigma(\delta)$, % | Характеристика систематической составляющей погрешности (границы, в котором систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью), ±δc , % |
|---|---|---|---|---|
| Яйца. Мясо и субпродукты | **ЛЕВОМИЦЕТИН** От 0,006 до 0,100 включ. | 40 | 16 | 25 |

**2.** Значение нормативов оперативного контроля

2.1 Значения нормативов оперативного контроля сходимости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

| Объект анализа | Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых концентраций, мг/кг | Норматив оперативного контроля воспроизводимости (для двух результатов измерений, m=2); D, % | Норматив оперативного контроля сходимости (для двух результатов параллельных определений, n=2). $d$ , % |
|---|---|---|---|
| Яйца. Мясо и субпродукты | **ЛЕВОМИЦЕТИН** От 0,006 до 0,100 включ. | 44 | 28 |

**2.2** Значения норматива оперативного контроля погрешности при проведении контроля методом добавок

Норматив оперативного контроля погрешности (допускаемое значение разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой - X', пробы - X и величиной добавки - C) рассчитывают по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля (P = 0.90)

$$K_д = 0.84 \sqrt{(\Delta_{x'})^2 + (\Delta_x)^2}, \text{ мг/кг;}$$

- при проведении внешнего контроля (P = 0.95)

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{x'})^2 + (\Delta_x)^2}, \text{ мг/кг,}$$

где $\Delta_x$ , $\Delta_{x'}$ , (мг/кг) - значения характеристики погрешности (без учета знака), соответствующие содержанию левомицетина в пробе, пробе с добавкой, соответственно;

$\Delta_x = 0.40$ X (X –содержание левомицетина в пробе);

$\Delta_{x'} = 0.40$ X' (X'- содержание левомицетина в пробе с добавкой).

3 Дата выдачи свидетельства 05.03. 2001 г.
Срок действия до 05.03. 2006 г.

Метролог аккредитованной
метрологической службы
_____Н.П.Пикула
"5" марта 2001 г.

**УТВЕРЖДАЮ**
Проректор по НР ТГТУ
_____В.Я.Ушаков
"___" _____ 2001 г

**УТВЕРЖДАЮ**
Директор ОО ВНПФ "ЮМХ"
_____Г.Б.Слепченко
"5" марта 2001 г

**СОГЛАСОВАНО**
Зам.директора УНИИМ
_____И.Е.Добровинский
"05" 06 _____ 2001 г.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## РАЗРАБОТЧИКИ:

*Слипченко В.Ф..* – к.х.н., н.с. НИЛ микропримесей Томского политехнического университета; ООО ВНПФ «ЮМХ»;

*Анисимова Л.С.* - к.х.н., доцент кафедры физической и аналитической химии Томского политехнического университета; ООО ВНПФ «ЮМХ»;

*Слепченко Г.Б.* - к.х.н., с.н.с., зав. НИЛ микропримесей Томского политехнического университета; ООО ВНПФ «ЮМХ»

*Пикула Н.П.* - к.х.н., доцент кафедры физической и аналитической химии ТПУ, эксперт по аккредитации аналитических лабораторий (центров).

***© ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»***

**(382-2) 563-860, 563-572,**

***microlab@tpu.ru***, gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru