ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54639— 2011

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН группой компаний «Люмэкс» (ООО «Люмэкс», ООО «Люмэкс-маркетинг»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2011 г. № 788-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 2
5 Отбор проб 3
6 Подготовка к проведению измерений 3
7 Порядок проведения измерений 4
8 Обработка результатов измерений 5
9 Метрологические характеристики 5
10 Оформление результатов 6
11 Контроль качества результатов измерений 6
12 Требования безопасности 7
Приложение А (рекомендуемое) Проверка пригодности активированного угля и его очистка 8
Приложение Б (рекомендуемое) Приготовление градуировочных растворов 9
Приложение В (рекомендуемое) Рекомендуемые массы пробы для анализа и температуры термодеструкции 10
Приложение Г (справочное) Результаты проведенных межлабораторных испытаний 12
Библиография 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

Foodstuffs and animal feeding stuffs.
Determination of mercury by Zeeman atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и корма для животных и устанавливает метод определения массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана после термической деструкции пробы.

Диапазон измерений массовой доли ртути от 0,0025 до 5 млн$^{-1}$.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

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 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод измерений основан на атомизации содержащейся в пробе ртути в процессе термодеструкции пробы при контролируемой температуре, переносе ее потоком газа-носителя в нагреваемую аналитическую кювету анализатора и измерении атомного поглощения при резонансной длине волны 253,7 нм с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана.

Массовую долю ртути в пробе определяют с использованием предварительно установленной градуировочной характеристики.

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

Анализатор ртути атомно-абсорбционный с коррекцией неселективного поглощения на основе эффекта Зеемана, работающий на длине волны резонансного поглощения ртути 253,7 нм и включающий в себя устройство для термической деструкции пробы при температурах от 300 °С до 700 °С и систему для переноса газообразных продуктов термодеструкции в аналитическую кювету, например [1], [2]. Рекомендуется, чтобы управление работой анализатора, регистрация и обработка данных осуществлялись при помощи персонального компьютера, на котором установлено специальное программное обеспечение. Предел обнаружения ртути (по массе) должен быть не выше 0,3 нг.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 мг.

Государственный стандартный образец массовой доли ртути, например комплект СОРт ГСО 7183-95 (диапазоном аттестованных значений от 0,03 до 1 млн$^{-1}$ и относительной погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности P = 0,95 не более ± 5 %[1)]).

Государственные стандартные образцы состава анализируемой продукции с аттестованными значениями массовой доли ртути в диапазоне от 0,0025 до 5 млн$^{-1}$ (для контроля качества результатов измерений).

Дозатор проб, например, лодочки, выполненные из кварца, нержавеющей стали или керамические, размеры которых соответствуют применяемому анализатору.

Гомогенизатор (измельчитель проб) лабораторный любой марки, скорость вращения измельчителя — не менее 3000 об/мин.

Шкаф сушильный любой марки, обеспечивающий температуру до 200 °С.

Колба плоскодонная или круглодонная с взаимозаменяемым конусом вместимостью 200 см^3 по ГОСТ 25336.

Переход с одной горловиной и отводом типа П1О по ГОСТ 25336.

Насос лабораторный вакуумный (мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336), обеспечивающий разрежение не менее 7 кПа.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

При использовании стандартного образца состава раствора ионов ртути для градуировки анализатора (см. 6.3.2) дополнительно требуются:

Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов ртути (массовая концентрация 1 г/дм^3, расширенная относительная неопределенность с коэффициентом охвата k = 2 не более 1 %)[2)].

Колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

[1)] Соответствует расширенной относительной неопределенности с коэффициентом охвата k = 2.

[2)] Соответствует доверительным границам относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 1 и 2 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные 2-го класса точности, вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Дозаторы пипеточные переменного объема от 100 до 1000 $мм^3$ любой марки, предел допускаемого относительного отклонения среднеарифметического значения фактического объема дозы от номинального ± 1,5 %, предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения фактического объема дозы 2,0 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Уголь активированный дробленый, например Carbon NWC 12—40 меш (1,70—0,42 мм). Проверка пригодности активированного угля и при необходимости его очистка — по приложению А.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Печь муфельная любой марки, обеспечивающая температуру (300 ± 25) °С.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Примечание — Допускается применять другие средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные устройства, реактивы и материалы с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

5 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — в соответствии с нормативным документом на продукцию конкретного вида.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка лабораторной посуды, используемой при отборе, подготовке и хранении проб

Посуду моют горячей водой с моющим средством, тщательно ополаскивают дистиллированной водой и высушивают при температуре от 105 °С до 120 °С. Посуду после сильно загрязненных проб дополнительно промывают горячим раствором азотной кислоты (1:1), затем снова ополаскивают дистиллированной водой и сушат при указанной выше температуре.

6.2 Подготовка анализатора к работе

Подготовку анализатора к работе с пробами в режиме термической деструкции, запуск программного обеспечения и проверку работоспособности анализатора проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации.

Устанавливают и при необходимости оптимизируют параметры работы анализатора, включая температуру термодеструкции и температуру аналитической кюветы в зависимости от типа анализируемых проб в соответствии с руководством по эксплуатации.

Устройство для дозирования проб очищают от следов ртути путем отжига в устройстве для термодеструкции проб согласно руководству по эксплуатации анализатора.

6.3 Градуировка анализатора ртути

6.3.1 Градуировку анализатора ртути проводят перед началом эксплуатации, после длительных перерывов в работе, а также при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики.

6.3.2 Градуировка анализатора с использованием стандартных образцов состава раствора ионов ртути

6.3.2.1 В дозатор проб помещают от 200 до 250 мг активированного угля (см. раздел 4). Затем пипеточным дозатором равномерно наносят на активированный уголь от 100 до 200 $мм^3$ градуировочного раствора ртути № 1 (см. приложение Б). Вводят уголь с нанесенным на него градуировочным раствором в устройство для термической деструкции и регистрируют аналитический сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала удаляют остатки угля из дозатора проб и проводят интегрирование аналитического сигнала в пределах зарегистрированного пика.

Массу ртути m_{CO}, нг, в дозируемом объеме градуировочного раствора вычисляют по формуле

$$m_{CO} = 0{,}001 \cdot C_{CO} \cdot V_{CO}, \quad (1)$$

где 0,001 — коэффициент согласования размерности единиц объема;

C_{CO} — массовая концентрация ртути в градуировочном растворе, $мкг/дм^3$;

V_{CO} — дозируемый объем градуировочного раствора, $мм^3$.

6.3.2.2 Повторяют процедуры по 6.3.2.1 с остальными градуировочными растворами (см. приложение Б).

Примечание — При проведении рутинных измерений число используемых градуировочных растворов может быть сокращено до четырех, при этом использование градуировочных растворов № 1 и № 7 (см. приложение Б) является обязательным.

6.3.3 Градуировка анализатора с использованием стандартных образцов массовой доли ртути

6.3.3.1 Помещают от 50 до 300 мг стандартного образца (см. раздел 4) в дозатор проб. Температура дозатора при взвешивании стандартного образца должна соответствовать температуре окружающей среды в лаборатории. Вводят дозатор в устройство для термической деструкции и регистрируют аналитический сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного обеспечения. По завершении регистрации сигнала удаляют остатки стандартного образца из дозатора проб и проводят интегрирование аналитического сигнала в пределах зарегистрированного пика.

Массу ртути в стандартном образце m_{CO}, нг, вычисляют по формуле

$$m_{CO} = M_{CO} \cdot W_{CO}, \quad (2)$$

где M_{CO} — масса стандартного образца, мг;

W_{CO} — аттестованное значение массовой доли ртути в стандартном образце, млн$^{-1}$.

Массу стандартного образца подбирают таким образом, чтобы масса ртути, по возможности, соответствовала требованиям 6.3.2.

6.3.3.2 Повторяют процедуры по 6.3.3.1, варьируя стандартные образцы и/или массу стандартного образца таким образом, чтобы получить не менее четырех результатов измерений.

6.3.4 Используя программное обеспечение к анализатору, устанавливают градуировочную характеристику как зависимость интегрального аналитического сигнала S, усл. ед., от массы ртути:

$$S = A \cdot m, \quad (3)$$

где A — градуировочный коэффициент, усл. ед. · нг$^{-1}$;

m — масса ртути, введенной в устройство для термической деструкции, по 6.3.2 или 6.3.3, нг.

6.3.5 Проверяют приемлемость установленной по 6.3.4 градуировочной характеристики, вычисляя для каждого дозируемого объема градуировочного раствора (см. 6.3.2) или каждой массы стандартного образца (см. 6.3.3) значение массы ртути с использованием установленной градуировочной характеристики $m_{CO,\,р}$, нг:

$$m_{CO,\,р} = \frac{S_{CO}}{A}, \quad (4)$$

где S_{CO} — интегральный аналитический сигнал, усл. ед.;

A — градуировочный коэффициент по 6.3.4, усл. ед. · нг$^{-1}$.

Относительное отклонение значения массы ртути от значения, найденного по формулам (1) или (2), вычисляют по формуле

$$d = \frac{|m_{CO,\,р} - m_{CO}|}{m_{CO}} \cdot 100. \quad (5)$$

Градуировочная характеристика признается приемлемой, если значения d для всех навесок не превышают 10 %.

6.3.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики — по 11.2.

7 Порядок проведения измерений

7.1 Пробу для анализа, взвешенную с точностью до 1 мг, массой от 30 до 400 мг (в случае напитков — от 100 до 200 мг) в зависимости от ожидаемого содержания ртути и неселективных помех, создаваемых матрицей пробы (см. 7.2), помещают в дозатор проб. Газированные напитки предварительно дегазируют, для чего не менее 50 см^3 напитка помещают в круглодонную или плоскодонную колбу вместимостью 200 см^3, подключают колбу к вакуумному насосу с использованием перехода с отводом и выдерживают в вакууме в течение 5—7 мин до прекращения выделения пузырьков газа.

Температура дозатора при взвешивании пробы для анализа должна быть комнатной. Вводят пробу в устройство для термической деструкции и регистрируют аналитический сигнал в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора и/или руководством пользователя программного

обеспечения. По завершении регистрации сигнала удаляют остатки пробы из дозатора проб и проводят интегрирование аналитического сигнала в пределах зарегистрированного пика.

7.2 Используя программное обеспечение к анализатору, проверяют уровень неселективного поглощения и при отрицательных результатах контроля (уровень неселективного поглощения не должен превышать двух единиц оптической плотности) уменьшают массу пробы для анализа в 1,5—2 раза, но не более чем до 30—50 мг. При невозможности уменьшения массы пробы снижают температуру термодеструкции до 350 °С—400 °С. При положительных результатах контроля измеренное значение интегрального аналитического сигнала используют для вычисления массовой доли ртути в пробе согласно разделу 8.

7.3 Рекомендации по выбору массы пробы для анализа и температуры термодеструкции для различных образцов приведены в приложении В.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Используя градуировочную характеристику анализатора по 6.3.4, по величине интегрального аналитического сигнала (см. 7.2) с помощью программного обеспечения к анализатору массовую долю ртути в пробе X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_{пр}}{A \cdot M_{пр}}, \quad (6)$$

где $S_{пр}$ — интегральный аналитический сигнал для пробы, усл. ед.;

A — градуировочный коэффициент по 6.3.4, усл. ед. · нг$^{-1}$;

$M_{пр}$ — масса пробы, мг.

8.2 За результат измерений массовой доли ртути принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r, \quad (7)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений массовой доли ртути, вычисленные по формуле (6), млн$^{-1}$;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

При невыполнении условия (7) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2).

9 Метрологические характеристики

9.1 Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает получение результатов измерений массовой доли ртути с расширенной относительной неопределенностью при коэффициенте охвата $k = 2$ ($U_{отн}$, %), приведенной в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли ртути, млн$^{-1}$	Расширенная относительная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ $U_{отн}$, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0,95$) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R, %
От 0,0025 до 0,025 включ.	40	28	50
Св. 0,025 до 0,25 »	28	17	28
» 0,25 » 5 »	20	11	20

Примечания

1 Установленные численные значения расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$ соответствуют численным значениям доверительных границ относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

2 Значения расширенной относительной неопределенности установлены согласно [3].

9.2 Сведения о межлабораторных сравнительных испытаниях приведены в приложении Г.

10 Оформление результатов

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результаты измерений массовой доли ртути (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта) представляют в виде

$$\overline{X} \pm U, \text{ млн}^{-1}, \quad (8)$$

где $\overline{X}$ — результат измерений, полученный в соответствии с 8.2, млн$^{-1}$;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$, млн$^{-1}$, рассчитываемая по формуле

$$U = 0{,}01 U_{\text{отн}} \overline{X}, \quad (9)$$

где $U_{\text{отн}}$ — расширенная неопределенность, %, при коэффициенте охвата $k = 2$ по таблице 1.

Допускается результат измерений представлять в виде

$$\overline{X} \pm U_{\text{лаб}}, \text{ млн}^{-1} \quad (10)$$

при условии $U_{\text{лаб}} < U$, где $U_{\text{лаб}}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории с учетом [3] или [4] и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

Численное значение результата измерений и значение расширенной неопределенности измерений выражаются не более чем двумя значащими цифрами с одинаковыми наименьшими разрядами.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений включает в себя:

- контроль стабильности градуировочной характеристики по 11.2, который проводят перед началом работы, а также периодически в течение рабочего дня (рекомендуемая периодичность контроля — каждые четыре часа). При накоплении данных, свидетельствующих о стабильности градуировочной характеристики, лаборатория может увеличить интервал между контрольными операциями. При постоянном применении методики рекомендуется регистрировать результаты на контрольных картах (карте средних значений и карте размахов), руководствуясь ГОСТ Р ИСО 5725-6;
- контроль точности измерений по 11.3, который проводят при длительных перерывах в работе, после смены стандартного образца, используемого для контроля стабильности градуировочной характеристики, а также при возникновении сомнений в достоверности получаемых результатов;
- контроль показателей в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6) или [5].

11.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с использованием градуировочных растворов ртути (см. 6.3.2) или стандартных образцов (см. 6.3.3), применявшихся при градуировке анализатора, в качестве контрольных образцов.

Для этого анализируют контрольный образец в соответствии с 6.3.2 или 6.3.3 таким образом, чтобы масса ртути, внесенной в анализатор, вычисляемая по формулам (1) или (2), соответствовала диапазону градуировочной характеристики. Используя действующую градуировочную характеристику анализатора по 6.3.4, находят массу ртути, введенной в анализатор ($m_{\text{CO, ст}}$, нг).

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия

$$d_{\text{ст}} = \frac{|m_{\text{CO, ст}} - m_{\text{CO}}|}{m_{\text{CO}}} \cdot 100, \quad (11)$$

где m_{CO} — масса ртути, внесенной в анализатор, нг.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если значения $d_{\text{ст}}$ не превышают 10 %.

При неудовлетворительных результатах контроля градуировку анализатора проводят заново.

11.3 Контроль точности измерений

Образцами для контроля точности измерений являются стандартные образцы состава продукции с аттестованным значением массовой доли ртути в диапазоне измерений, осуществляемых по методи-

ке. Расширенная относительная неопределенность аттестованного значения массовой доли ртути должна быть не более половины значения расширенной относительной неопределенности измерений по методике в соответствующем диапазоне (таблица 1).

Образец для контроля анализируют в точном соответствии с установленной процедурой (см. раздел 7), обрабатывают результаты, проверяют их приемлемость и устанавливают окончательный результат измерений $\overline{X}_к$, млн$^{-1}$ (см. 8.1—8.2).

Результаты контроля признают удовлетворительными при выполнении неравенства

$$|\overline{X}_к - W_к| \le \sqrt{U_к^2 + U_{CO}^2}, \quad (12)$$

где $\overline{X}_к$ — результат измерений массовой доли ртути в образце для контроля (среднеарифметическое значение двух параллельных определений), млн$^{-1}$;

$W_к$ — аттестованное значение массовой доли ртути в образце для контроля, млн$^{-1}$;

$U_к$ — расширенная неопределенность результата измерений массовой доли ртути в образце для контроля при коэффициенте охвата $k = 2$, рассчитываемая по формуле (9), млн$^{-1}$;

U_{CO} — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ аттестованного значения массовой доли ртути в образце для контроля, млн$^{-1}$.

При неудовлетворительных результатах контроля находят и устраняют их причины, после чего процедуру контроля повторяют.

При отсутствии образца для контроля с аттестованным значением массовой доли ртути используют метод вариации массы пробы. Для проведения контрольных измерений отбирают две пробы, массы которых (m_1 и m_2, мг) различаются в два раза, и в каждой из них измеряют массовую долю ртути (X_1 и X_2, млн$^{-1}$). Результаты контроля признают удовлетворительными при выполнении неравенства

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le \sqrt{U_1^2 + U_2^2}, \quad (13)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты контрольных измерений массовой доли ртути (среднеарифметические значения результатов двух параллельных определений), млн$^{-1}$;

U_1 и U_2 — расширенная неопределенность результатов контрольных измерений массовой доли ртути при коэффициенте охвата $k = 2$, рассчитываемая по формуле (9), млн$^{-1}$.

12 Требования безопасности

При проведении измерений следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019 и технической документацией на анализатор;
- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- требования безопасности при работе с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

Требования безопасности при работе со ртутью и ее соединениями по [6].

Приложение А
(рекомендуемое)

Проверка пригодности активированного угля и его очистка

А.1 В дозатор проб помещают от 200 до 250 мг активированного угля, вводят уголь в устройство для термической деструкции и регистрируют аналитический сигнал (см. 6.3.3.1). По завершении регистрации сигнала удаляют остатки пробы из дозатора проб и, если был зарегистрирован пик аналитического сигнала, то проводят интегрирование аналитического сигнала в пределах зарегистрированного пика.

А.2 Затем в дозатор проб помещают новую порцию активированного угля (см. А.1) и пипеточным дозатором равномерно наносят на активированный уголь 100 мм^3 градуировочного раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 (см. приложение В). Регистрируют пик аналитического сигнала и проводят его интегрирование по 6.3.2.

А.3 Если пик аналитического сигнала от активированного угля не регистрируется (см. А.1) или если интегральный аналитический сигнал не превышает 3 % от интегрального аналитического сигнала для градуировочного раствора (см. А.2), то активированный уголь считают пригодным для проведения измерений. В противном случае необходимо заменить партию угля или провести его очистку.

А.4 Очищаемый активированный уголь помешают в фарфоровую чашку и прокаливают в муфельной печи в течение 3—6 ч при 300 °С. Время прокаливания зависит от степени загрязнения угля ртутью.

А.5 После остывания проводят повторную проверку чистоты активированного угля по А.1, А.2.

А.6 Хранить активированный уголь рекомендуется в сухой чистой герметично закрывающейся таре в помещении, в котором массовая концентрация паров ртути не превышает 30 нг/м^3.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Приготовление градуировочных растворов

Б.1 Приготовление раствора разбавления

В термостойкий стакан помещают 500—600 см^3 дистиллированной воды и осторожно приливают, тщательно перемешивая, 50 см^3 концентрированной азотной кислоты (плотность 1,37 г/см^3). Когда раствор остынет, его переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 200 мг калия двухромовокислого и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения в емкости из темного стекла с притертой пробкой — 3 мес.

Перед употреблением приготовленный раствор проверяют на чистоту, для чего регистрируют интегральный аналитический сигнал от одинаковых объемов (в диапазоне от 100 до 200 мм^3) этого раствора и от раствора массовой концентрации ртути 100 мкг/дм^3 (см. Б.3) согласно 6.3.2. Чистоту раствора признают удовлетворительной, если интегральный аналитический сигнал от раствора разбавления не превышает 3 % величины интегрального аналитического сигнала от раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3.

Б.2 Приготовление запасного раствора ртути массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 30 см^3 раствора разбавления, пипеткой вносят 1,0 см^3 ГСО состава раствора ионов ртути массовой концентрации 1 г/дм^3 и доводят до метки раствором разбавления, тщательно перемешивают.

Срок хранения при температуре от 2 °С до 8 °С — 6 мес.

Б.3 Приготовление градуировочных растворов

Б.3.1 Градуировочные растворы массовой концентрации ртути от 100 до 1000 мкг/дм^3 готовят путем разбавления в мерных колбах запасного раствора ртути по Б.2 или градуировочного раствора № 7 раствором разбавления, например в соответствии с таблицей Б.1.

Таблица Б.1 — Градуировочные растворы ртути в диапазоне от 100 до 1000 мкг/дм^3

Наименование показателя	Номер градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Массовая концентрация ртути в градуировочном растворе, мкг/дм^3	10	20	50	100	200	500	1000
Объем мерной колбы, см^3	100	100	100	100	100	100	100
Объем запасного раствора ртути по Б.2, см^3	—	—	—	1	2	5	10
Объем градуировочного раствора ртути № 7, см^3	1	2	5	—	—	—	—

Срок хранения растворов при температуре от 2 °С до 8 °С:

- № 1—3 — 1 мес;
- № 4—7 — 3 мес.

Приложение В
(рекомендуемое)

Рекомендуемые массы пробы для анализа и температуры термодеструкции

Рекомендуемые массы пробы для анализа и температуры термодеструкции проб приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Тип пробы	Масса пробы для анализа, мг	Температура термодеструкции, °С
Мясо и мясопродукты, птица, яйца и продукты их переработки		
Мясо животных и птицы: - сырое (замороженное) - сублимированное	 150—250 100—150	 500—600 500—600
Субпродукты	100—150	500—600
Колбасные изделия, кулинарные изделия	50—150	500—600
Консервы из мяса и птицы	250—300	500—600
Консервы из субпродуктов	100—200	500—600
Яйца	50—70	500—600
Яичный белок	100—200	500—600
Молоко и молочные продукты		
Напитки молочные, молоко, сливки, йогурт, сметана, консервы молочные	100—200	500—600
Творог и пастообразные продукты	50—100	500—600
Сыры	150—250	500—600
Масло	50—70	500—600
Рыба, нерыбные объекты промысла и продукты, вырабатываемые из них		
Рыба сырая, мороженая, водоросли морские	200—300	500—600
Консервы, пресервы	100—150	500—600
Рыбная кулинария, икра	50—100	500—600
Печень рыбная	30—50	500—600
Моллюски и ракообразные	100—150	500—600
Зерно (семена), мукомольно-крупяные и хлебобулочные изделия		
Зерно (любое) продовольственное, кормовое, мука	50—200	550—700
Семена зернобобовых	100—200	550—700
Макаронные и хлебобулочные изделия	100—200	500—600
Сахар и кондитерские изделия		
Сахар	50—70	500—600
Шоколад	100—200	500—600
Плодоовощная продукция		
Свежие и свежемороженые овощи, фрукты, ягоды, грибы	200—300	500—600
Консервы овощные, фруктовые, ягодные	200—300	500—600
Чай	100—200	500—600
Кофе	50—100	500—600

Окончание таблицы В.1

Тип пробы	Масса пробы для анализа, мг	Температура термодеструкции, °С
Масличное сырье и жировые продукты		
Масло растительное	30—50	350—500
Маргарин, кулинарные жиры	30—50	350—500
Жир-сырец, топленый (говяжий, свиной, соленый)	30—50	350—500
Масло коровье	30—50	350—500
Рыбный жир	50—100	500—600
Соки, соковая продукция, напитки алкогольный, безалкогольные и слабоалкогольные		
Соки, напитки, концентраты овощные, фруктовые, ягодные	100—300	500—600
Воды питьевые, минеральные, природные столовые, лечебно-столовые, лечебные	100—300	500—600
Напитки безалкогольные	100—300	500—600
Слабоалкогольные напитки	100—200	500—600
Биологически активные добавки к пище (БАД)		
БАД на жировой основе	50—70	350—500
БАД на растительной основе, на основе мясного сырья, молочного сырья, морепродуктов	100—200	500—600
Жидкие БАД (эликсиры, бальзамы, настойки и др.)	100—200	500—600

Приложение Г
(справочное)

Результаты проведенных межлабораторных испытаний

Г.1 Межлабораторные испытания, проведенные в январе 2007 г. в трех лабораториях с использованием стандартных образцов и проб продукции, дали результаты, представленные в таблице Г.1.

Таблица Г.1

Наименование и обозначение образца	Опорное значение $C_{оп}$, млрд$^{-1}$	Общее среднее $\overline{X}$, млрд$^{-1}$	Стандартное отклонение повторяемости S_r, млрд$^{-1}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, млрд$^{-1}$	Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	Выход η, %
Морские водоросли IAEA-140	38	36,5	1,7	3,4	4,7	9,3	96,1
Гомогенат рыбы IAEA-407	222	205	4,4	21	2,2	10,0	92,3
Мясо тунца IAEA-436	4190	4229	124	373	2,9	8,8	100,9
Мышцы акулы DORM2	4680	4257	102	331	2,4	7,8	91,0
Печень акулы DOLT2	2140	2128	66	127	3,1	6,0	99,4
Семга малой соли	—	23,4	1,08	3,4	4,6	14,6	—
Кальмары натуральные обезглавленные без кожицы консервированные	—	25,7	1,0	1,3	3,9	5,0	—
Печень трески консервированная	—	11,3	1,1	3,3	9,5	29,6	—
Зерно пшеницы ГСО 3171—85	23	22,1	2,1	3,7	9,7	16,8	96,1
Клубни картофеля ГСО 8635—2004	3,2	2,92	0,32	0,69	11,1	23,6	91,3
Грибы белые сушеные	—	985	23	51	2,3	5,2	—

Примечания
1 Общее число результатов для каждой пробы — 12 (по четыре у каждой лаборатории).
2 Под относительным стандартным отклонением повторяемости понимают отношение S_r к $\overline{X}$, выраженное в процентах.
3 Под относительным стандартным отклонением воспроизводимости понимают отношение S_R к $\overline{X}$, выраженное в процентах.
4 Под выходом η понимают отношение $\overline{X}$ к $C_{оп}$, выраженное в процентах.

Г.2 Применение метода в лаборатории ГК «Люмэкс» в рамках международных сравнительных испытаний, проводимых Лабораторией экологии моря (Marine Environment Laboratory) Международного агентства по атомной энергии (МАГАТЭ) при аттестации стандартных образцов, дало результаты, приведенные в таблице Г.2.

Таблица Г.2

Наименование и шифр образца	Опорное значение $C_{оп}$, млн$^{-1}$	Стандартное отклонение $S_{оп}$, млн$^{-1}$	Общее число лабораторий-участников N	Результат лаборатории $X_л$, млн$^{-1}$	z-индекс лаборатории
Гомогенат мяса тунца IAEA-436	4,19	0,36	24	3,78	–0,78
Биота IAEA-452	0,150	0,02	80	0,137	–0,69

Библиография

[1] Анализаторы ртути модификаций РА-915+, РА-915М. Технические условия

[2] Приставка ПИРО-915+ к анализаторам ртути модификаций РА-915+, РА-915М 951.07.00.00.00 РЭ

[3] Руководство ЕВРОХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях». 2-е изд., 2000, пер. с англ. — СПб, ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002 г.

[4] Р 50.1.060—2006 Рекомендации по стандартизации «Государственная система обеспечения единства измерений. Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений». Приняты Ростехрегулированием, 2006 г.

[5] РМГ 76—2004 Рекомендации по межгосударственной стандартизации «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа». Приняты Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 26 от 08.12.2004 г.)

[6] СП 4607—88 Санитарные правила при работе со ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением

УДК 664:543.421:546.49:006.354 ОКС 67.050 65.120 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: продукты пищевые, корма, методы испытаний, ртуть, атомно-абсорбционный метод, термическая деструкция пробы

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.07.2012. Подписано в печать 07.08.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 176 экз. Зак. 665.

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

gost.e-ecolog.ru