ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 53352— 2009**

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА, КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

БЗ 11—2008/438

Москва
Стандартинформ
2009

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 Федеральным государственным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГУ «ВГНКИ»)

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 4 июня 2009 г. № 184-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, 2009

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, вспомогательное оборудование, реактивы . . . . . 2
5 Подготовка к проведению испытания . . . . . 2
6 Порядок проведения испытания . . . . . 4
7 Обработка результатов испытания . . . . . 5
8 Метрологические характеристики . . . . . 6
9 Контроль качества результатов измерений . . . . . 6
10 Требования к квалификации оператора . . . . . 6
Библиография . . . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# СРЕДСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ, КОРМА И КОРМОВЫЕ ДОБАВКИ

## Определение массовой доли ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Medical remedies for animals, feed and feed additives
Detection of mass fraction of mercury by atom absorbtion spectrometric method

**Дата введения — 2010—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на средства лекарственные для животных, корма и кормовые добавки и устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии (метод «холодного пара») с использованием способа микроволновой минерализации проб при определении массовых долей ртути в диапазоне измерений от 0,025 до 0,600 млн$^{-1}$ (мг/кг).

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 52684—2006 Средства лекарственные для животных. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

Примечание — При использовании 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 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.

**Издание официальное**

## 3 Сущность метода

Метод основан на том, что двухвалентная ртуть, полученная в результате кислотной минерализации образца в закрытой системе для минерализации проб микроволновой печи, восстанавливается раствором химического восстановителя, хлорида олова (II), до металлической ртути в реакционной ячейке приставки к спектрометру. Пары ртути отгоняются в кварцевую ячейку, стоящую в оптическом пути атомно-абсорбционного спектрометра. Измерение атомного поглощения ртути проводят методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии по аналитической линии ртути 253,7 нм (метод «холодного пара»).

## 4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

4.1 Для определения массовой доли ртути используют следующие средства измерений и вспомогательное оборудование:

- атомно-абсорбционный спектрометр любой марки, работающий в диапазоне длин волн 185—900 нм с относительным среднеквадратическим отклонением случайной составляющей погрешности результатов измерения, не превышающим 8 %, укомплектованный спектральной лампой, которая излучает спектр ртути, и снабженный приставкой для получения «холодного пара», атомизатор — кварцевую ячейку и программное обеспечение, управляющее работой приставки для получения «холодного пара». Указанное программное обеспечение может быть составной частью программного обеспечения к спектрометру;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104, высокого или специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой поверочного деления 0,1 мг;
- печь микроволновую лабораторную для экспрессной подготовки образцов с мощностью 1600 ватт и частотой магнетрона 220—240 V/50 Гц;
- баня водяная лабораторная;
- государственные стандартные образцы состава водного раствора ионов ртути с погрешностью аттестованного значения не более 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$. Массовые концентрации в стандартном образце раствора ионов ртути должны быть не менее 0,05 мг/см$^3$ и не более 1,0 мг/см$^3$.

4.2 Для определения массовой доли ртути используют следующие лабораторную посуду и материалы:

- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- колбы 1—50 (100,500)—2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1(2,3) —100 (250)—1 по ГОСТ 1770;
- воронки ВФ—1(2)—60 — ПОР 500 ТХС по ГОСТ 25336;
- стакан Н—2—100 ТХС по ГОСТ 25336;
- фильтры обеззоленные с синей лентой, диаметром от 7 до 10 см по [1].

4.3 Для определения массовой доли ртути используют следующие реактивы:

- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную х. ч. по ГОСТ 3118;
- перекись водорода по ГОСТ 177;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- олово двухлористое 2-водное по [2];
- аргон газообразный по ГОСТ 10157 в баллоне, снабженном редуктором.

4.4 Все реактивы должны относиться к подгруппе чистоты 1 (ос. ч.) или 2 (х. ч.) по ГОСТ 13867.

4.5 Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

## 5 Подготовка к проведению испытания

### 5.1 Отбор проб

Отбор проб лекарственных средств для животных, кормов и кормовых добавок проводят в соответствии с ГОСТ Р 52684 и ГОСТ 13496.0.

**5.2 Подготовка прибора к работе и условия выполнения измерений**

5.2.1 Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

При этом должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха — от 10 °С до 35 °С;

атмосферное давление — от 630 до 800 мм рт. ст. (от 840 до 1067 ГПа);

влажность воздуха при температуре 25 °С — от 30 % до 80 %.

Рабочая длина волны при определении ртути — 253,7 нм.

5.2.2 Приставку для получения «холодного пара» подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации приставки и/или прибора.

**5.3 Приготовление вспомогательных растворов**

**5.3.1 Приготовление 20 %-ного раствора соляной кислоты**

Для приготовления 20 %-ного раствора соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают мерным цилиндром 248 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора не ограничен.

**5.3.2 Приготовление раствора для канала кислоты**

В качестве вспомогательного раствора для канала кислоты используют дистиллированную воду.

**5.3.3 Приготовление 25 %-ного раствора хлорида олова для канала восстановителя**

В стакан вместимостью 100 $см^3$ вносят 30,0 г двухлористого 2-водного олова, добавляют 60 $см^3$ раствора соляной кислоты по 5.3.1 и растворяют, нагревая на водяной бане при температуре 60 °С — 80 °С. Раствор должен быть прозрачным. При наличии опалесценции раствор осветляют с помощью фильтра. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором соляной кислоты по 5.3.1.

Раствор готовят в день проведения испытания.

**5.3.4 Приготовление фонового раствора азотной кислоты**

Фоновый раствор азотной кислоты готовят смешиванием 500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты с 500 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в темной бутыли при комнатной температуре не ограничен.

**5.4 Приготовление градуировочных растворов**

**5.4.1 Приготовление промежуточного раствора ртути А**

Для приготовления промежуточного раствора А с концентрацией ртути 1,0 $мкг/см^3$ вскрывают стеклянную ампулу стандартного образца состава раствора ионов ртути с концентрацией 0,1 $мг/см^3$, отбирают пипеткой 0,5 $см^3$ стандартного образца, помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.4 и перемешивают.

Срок хранения раствора —2 мес.

**5.4.2 Приготовление промежуточного раствора ртути Б**

Для приготовления промежуточного раствора ртути Б с концентрацией ртути 0,1 $мкг/см^3$ помещают 5 $см^3$ промежуточного раствора А в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки фоновым раствором азотной кислоты по 5.3.4. Полученный раствор должен содержать ртуть в концентрации 0,1 $мкг/см^3$.

Срок хранения раствора — 7 дней.

**5.4.3 Приготовление градуировочных растворов ртути с концентрацией 1,0; 5,0; 10,0; 20 $мкг/дм^3$**

В четыре мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ отбирают пипеткой 0,5; 2,5; 5,0; 10 $см^3$ раствора Б, доводят до метки фоновым раствором азотной кислоты 5.3.4 и тщательно перемешивают.

Растворы готовят непосредственно перед проведением испытания.

**5.5 Градуировка прибора**

Градуировку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочных растворов, приготовленных по 5.4.3.

В качестве «нулевого раствора» при проведении градуировки используют фоновый раствор азотной кислоты по 5.3.4.

Приготовленные градуировочные растворы прокачивают через приставку. Регистрируют атомное поглощение каждого раствора три раза и вычисляют среднеарифметическое измеренных значений.

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов параллельных измерений градуировочного раствора не должно превышать 10 %. Строят градуировочный график.

Устанавливают градуировочную характеристику, представляющую собой зависимость среднеарифметического значения атомного поглощения от массовой концентрации ртути в растворе, мкг/дм$^3$.

### 5.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

5.6.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед началом работы.

В качестве образца для контроля стабильности градуировочной характеристики используют раствор ртути, приготовленный аналогично 5.4.3. Массовую концентрацию ртути в образце для контроля стабильности градуировочной характеристики выбирают, исходя из предполагаемого содержания ртути в анализируемых пробах.

Регистрируют не менее двух раз атомное поглощение раствора образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, вычисляют среднеарифметическое значение и при помощи градуировочной зависимости рассчитывают массовую концентрацию ртути.

Градуировочная зависимость признается стабильной, если выполняется следующее условие:

$$\frac{|C_П - C_0|}{C_0} \le 0{,}1, \qquad (1)$$

где $C_П$ — измеренное значение массовой концентрации ртути в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм$^3$.

$C_0$ — действительное значение массовой концентрации ртути в растворе образца для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/дм$^3$.

Если условие (1) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. Результаты повторного контроля считают окончательными, градуировку прибора по 5.5 проводят заново.

## 6 Порядок проведения испытания

### 6.1 Микроволновая минерализация проб

6.1.1 Для минерализации проб, имеющих в основе неорганическую матрицу (полиминеральные добавки, лекарственные средства), процедуру проводят в одну стадию с использованием концентрированной азотной кислоты. При минерализации проб с органической матрицей [белково-витаминно-минеральные концентраты (БВМК), комбикорма, корма для непродуктивных животных, лекарственные средства] процесс проводят с постепенным увеличением давления и второй стадией минерализации с добавлением перекиси водорода.

Для минерализации пробы в закрытой системе используют микроволновую печь.

6.1.2 Устанавливают программу проведения минерализации в соответствии с рекомендациями изготовителя микроволновой печи. Например, при использовании микроволновой печи MDS-2000 фирмы CEM (США) параметры программы, подобранные по типам кормов и кормовых добавок, выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

| Тип анализируемого образца | Навеска, г | Параметры разложения | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1-я стадия (с $HNO_3$) | | | 2-я стадия (с $H_2O_2$) | | |
| | | Этап | Давление, МПа | Время, мин | Этап | Давление, МПа | Время, мин |
| Полиминеральные добавки, премиксы, л/с с неорганической матрицей | 0,8 | 1<br>2<br>3 | 0,35<br>0,70<br>1,00 | 5<br>10<br>10 | — | — | — |

*Окончание таблицы 1*

| Тип анализируемого образца | Навеска, г | Параметры разложения | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1-я стадия (с $HNO_3$) | | | 2-я стадия (с $H_2O_2$) | | |
| | | Этап | Давление, МПа | Время, мин | Этап | Давление, МПа | Время, мин |
| БВМК, комбикорма, корма для непродуктивных животных, л/с с органической матрицей | 0,5 | 1<br>2<br>3<br>4<br>5 | 0,35<br>0,55<br>0,70<br>0,90<br>1,00 | 5<br>5<br>8<br>10<br>10 | 1 | 0,35 | 10 |

6.1.3 Кислотную минерализацию в микроволновой печи осуществляют в следующем порядке:

- навеску 0,5 или 0,8 г (в зависимости от типа пробы) после гомогенизации помещают в стакан-автоклав;
- добавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и герметизируют сосуд, при необходимости поместив в него датчик контроля давления и/или температуры;
- параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (контрольный раствор);
- помещают карусель с автоклавами в печь и проводят разложение в зависимости от выбранной программы для данного типа образца;
- по окончании разложения сосуды охлаждают и вскрывают в соответствии с руководством (инструкцией) изготовителя микроволновой лабораторной печи.

Для образцов с органической матрицей проводят вторую стадию минерализации. Для этого к охлажденной пробе добавляют 2 $см^3$ перекиси водорода, снова закрывают сосуд, помещают в микроволновую печь и вновь подвергают минерализации по выбранной программе.

Полученный раствор отфильтровывают через бумажный фильтр, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем до метки фоновым раствором азотной кислоты 5.3.4 и тщательно перемешивают.

**6.2 Измерение атомного поглощения ртути**

Измеряют атомное поглощение ртути в минерализатах проб и растворе контрольной пробы на реактивы (см. 6.1.3) три раза. Вычисляют среднеарифметическое измеренных значений в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики по 5.5. Используя градуировочную характеристику 5.5, вычисляют массовую концентрацию элемента.

## 7 Обработка результатов испытания

7.1 Массовую долю ртути в пробе $C$, $млн^{-1}$ (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$C = \frac{(C_1 - C_к)\,p\,V_к}{1000\,B}, \qquad (2)$$

где $C_1$ — массовая концентрация ртути в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/$дм^3$;

$C_к$ — массовая концентрация ртути в контрольном растворе 5.4, найденная по градуировочному графику, мкг/$дм^3$;

$p$ — коэффициент разбавления пробы;

$V_к$ — объем раствора пробы после минерализации по 6.1.3, $дм^3$;

1000 — коэффициент пересчета мкг в мг;

$B$ — масса навески, кг.

За результат измерений принимают среднеарифметическое двух параллельных измерений.

7.2 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

## 8 Метрологические характеристики

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

| Диапазон измерений, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Предел повторяемости $r$, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Предел воспроизводимости R, млн$^{-1}$ (мг/кг) | Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, млн$^{-1}$ (мг/кг) |
|---|---|---|---|
| От 0,025 до 0,600 включ. | 0,25 $C$* | 0,29 $C$* | 0,20 $C$* |
| * $C$ — результат измерений массовой доли ртути в пробе по формуле (2). | | | |

## 9 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

## 10 Требования к квалификации оператора

Выполнение измерений может проводить химик-аналитик, владеющий техникой атомно-абсорбционного анализа, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами и освоивший настоящую методику выполнения измерений.

## Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[2] ТУ 2623-032-00205067—2003 Олово двухлористое 2-водное

УДК 619:615.355:636.087.8:006.354 ОКС 11.220 Р31
65.120 С14

Ключевые слова: средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки, определение массовой доли ртути, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, способ микроволнового разложения проб

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.06.2009. Подписано в печать 27.08.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 131 экз. Зак. 547.

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