МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34427—
2018**

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг» (ООО «Люмэкс-маркетинг») совместно с Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (АО «ВНИИС»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 июля 2018 г. № 380-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34427—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

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 5
8 Обработка результатов измерений 5
9 Метрологические характеристики 6
10 Оформление результатов измерений 6
11 Контроль качества результатов измерений 6
12 Требования безопасности 8
Приложение А (рекомендуемое) Проверка пригодности активированного угля и его очистка 9
Приложение Б (рекомендуемое) Приготовление градуировочных растворов 10
Приложение В (рекомендуемое) Рекомендуемые массы пробы для анализа и температуры термодеструкции 11
Приложение Г (справочное) Результаты проведенных межлабораторных испытаний 13

Поправка к ГОСТ 34427—2018 Продукты пищевые и корма для животных. Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 2 2023 г.)

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

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

Foodstuff and animal fodder.
Determination of mercury by Zeeman atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

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

Диапазон измерений массовой доли ртути — от 0,0025 до 5,0000 млн$^{-1}$.

Примечание — 1 млн$^{-1}$ соответствует 1 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 12.1.019—2017[1)] Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ ISO 3696—2013[2)] Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. 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 переводе содержащейся в пробе ртути в состояние атомного пара в процессе термодеструкции пробы при контролируемой температуре, переносе ее потоком воздуха 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, нагреваемую аналитическую кювету (рабочая температура не ниже 700 °С) и систему для переноса газообразных продуктов термодеструкции в аналитическую кювету. 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 OIML R 76-1, обеспечивающие точность взвешивания с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 1,0 мг.

Стандартный образец состава водного раствора ионов ртути (массовая концентрация 1 г/дм^3, относительная погрешность аттестованного значения не более ±1,0 %)[1)] или стандартный образец массовой доли ртути[2)].

Стандартные образцы состава анализируемой продукции с аттестованными значениями массовой доли ртути в диапазоне от 0,0025 до 5,0000 млн$^{-1}$ (для контроля качества результатов измерений).

Дозатор проб[3)].

Гомогенизатор (измельчитель проб) лабораторный или бытовой, скорость вращения измельчителя не менее 3000 об/мин (50 с$^{-1}$).

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру до 200 °С.

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

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

[2)] Например, комплект стандартных образцов массовой доли ртути (комплект СОРт) ГСО 7183—95 (диапазон аттестованных значений от 0,03 до 1,00 млн$^{-1}$ и относительная погрешность аттестованного значения при доверительной вероятности $P = 0,95$ не более ± 5 %). Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования стандартных образцов с аналогичными свойствами.

[3)] Например, лодочки, выполненные из кварца, нержавеющей стали или керамические, размеры которых соответствуют применяемому анализатору. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования дозаторов проб с аналогичными характеристиками.

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 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

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

- колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- 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 $мм^3$, с пределом допускаемого относительного отклонения среднеарифметического значения фактического объема дозы от номинального ± 1,5 %, пределом допускаемого относительного среднеквадратического отклонения фактического объема дозы 2,0 % при доверительной вероятности P = 0,95;
- уголь активированный дробленый с размером частиц 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, обеспечивающая температуру (300 ± 25) °С;
- стаканы из термически стойкого стекла вместимостью 1000 $см^3$ любого исполнения по ГОСТ 25336;
- чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Примечание — Допускается применять другие средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование, посуду, реактивы и материалы с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — в соответствии с нормативным документом на конкретный вид продукции.

6 Подготовка к проведению измерений

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

Посуду моют горячей водой, 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 (готовят путем добавления к определенному объему воды равного объема концентрированной азотной кислоты), 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.

Дозатор 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. 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 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 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 операции по 6.3.2.1 с остальными градуировочными растворами (см. приложение Б).

Примечание — Допускается градуировка анализатора в сокращенном диапазоне массы ртути в зависимости от ожидаемого содержания ртути в пробах. При этом число используемых градуировочных растворов может быть сокращено до четырех.

6.3.3 Градуировка анализатора с использованием стандартных образцов массовой доли ртути

6.3.3.1 Помещают от 50 до 300 мг стандартного образца в дозатор проб. Температура дозатора при взвешивании стандартного образца должна соответствовать температуре окружающего воздуха в лаборатории. Вводят дозатор в устройство для термической деструкции и регистрируют 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 сигнала в пределах зарегистрированного пика.

Массу ртути в стандартном образце m_{CO1}, нг, вычисляют по формуле

$$m_{CO1} = M_{CO} \cdot W_{CO}, \quad (2)$$

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

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

6.3.3.2 Повторяют операции по 6.3.3.1, варьируя стандартные образцы и/или массу стандартного образца таким образом, чтобы получить не менее четырех результатов измерений в диапазоне от 1 до 100 нг.

6.3.4 Используя программное обеспечение к анализатору, устанавливают градуировочную характеристику как зависимость интегрального сигнала S_{CO}, усл. ед., от массы ртути в виде

$$S_{CO} = A \cdot m_{CO}, \quad (3)$$

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

m_{CO} — масса ртути, введенной в устройство для термической деструкции (см. 6.3.2), нг.

Примечание — При градуировке анализатора в соответствии с 6.3.3 в формуле (3) вместо m_{CO} используют m_{CO1}.

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 $m_{CO,p}$, нг

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

затем — относительное отклонение d, %, вычисленного значения массы ртути от значения, вычисленного по формулам (1) или (2)

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

Градуировочная характеристика признается приемлемой, если значения *d* для всех дозируемых объемов градуировочных растворов или масс стандартного образца не превышают 10 %.

Примечание — При градуировке анализатора в соответствии с 6.3.3 в формуле (5) вместо m_{CO} используют m_{CO1}.

6.3.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики — по 11.2.

7 Порядок проведения измерений

7.1 С каждой пробой проводят по два измерения в условиях повторяемости (далее — параллельные измерения).

7.2 Пробу, взвешенную с погрешностью ± 1 мг, массой от 30 до 400 мг (для напитков — от 100 до 200 мг) в зависимости от ожидаемого содержания ртути и неселективных помех, создаваемых матрицей пробы (см. 7.3), помещают в дозатор проб (рекомендации по выбору массы пробы для анализа и температуры термодеструкции для различных проб приведены в приложении В). 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 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 сигнала в пределах зарегистрированного пика.

Дозатор проб очищают от следов ртути отжигом (см. 6.2).

7.3 Используя программное обеспечение к анализатору, проверяют уровень неселективного поглощения и при положительных результатах контроля (уровень неселективного поглощения не должен превышать 2 ед. оптической плотности) измеренное значение интегрального сигнала используют для вычисления массовой доли ртути в пробе (см. раздел 8). При отрицательных результатах контроля уменьшают массу пробы для анализа в 1,5—2 раза, но не более чем до 30—50 мг, либо уменьшают температуру термодеструкции.

8 Обработка результатов измерений

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

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

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

A — градуировочный коэффициент (см. 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 измерений X_1 и X_2 при выполнении условия

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

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

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

При невыполнении условия (7) проводят еще два параллельных измерения и используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ 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$^{-1}$ (мг/кг)	Расширенная относительная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ $U_{отн}$, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений при $P = 0,95$) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами единичных измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R , %
От 0,0025 до 0,0250 включ.	40	28	50
Св. 0,025 » 0,250 »	28	17	28
» 0,25 » 5,00 »	20	11	20
Примечание — Установленные численные значения расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$ соответствуют численным значениям доверительных границ относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.			

9.2 Сведения о межлабораторных сравнительных испытаниях приведены в приложении Г.

10 Оформление результатов измерений

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

Результаты измерений массовой доли ртути представляют в виде

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

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

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

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

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ (см. таблицу 1), %.

Допускается результат измерений представлять в виде

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

при условии $U_{лаб} < U$, где $U_{лаб}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории 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 4 ч). При накоплении данных, свидетельствующих о стабильности градуировочной характеристики, лаборатория может увеличить интервал между контрольными операциями;

- 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 стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6).

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 проб.

Для этого анализируют контрольную пробу в соответствии с 6.3.2 или 6.3.3 таким образом, чтобы масса ртути, внесенной в анализатор, вычисляемая по формулам (1) или (2), находилась в диапазоне градуировочной характеристики. Используя действующую градуировочную характеристику анализатора (см. 6.3.4), находят массу ртути, введенной в анализатор ($m_{CO,к}$, нг).

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условий

$$100 \cdot \frac{\left| m_{CO,к} - m_{CO} \right|}{m_{CO}} \le 10\ \%, \tag{11}$$

или

$$100 \cdot \frac{\left| m_{CO,к} - m_{CO_1} \right|}{m_{CO_1}} \le 10\ \%, \tag{12}$$

где 100 — коэффициент перехода к процентам;

$m_{CO,к}$ — измеренное значение массы ртути, нг;

m_{CO} (m_{CO1}) — масса ртути, внесенной в анализатор (см. 6.3.2.1 или 6.3.3.1 в зависимости от используемой контрольной пробы), нг;

10 — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %.

При неудовлетворительных результатах контроля градуировку анализатора проводят заново.

11.3 Контроль точности измерений

Для контроля точности измерений используют стандартные образцы состава продукции с аттестованным значением массовой доли ртути в диапазоне измерений от 0,0025 до 5,0000 млн$^{-1}$. Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения массовой доли ртути должна быть не более половины значения расширенной относительной неопределенности измерений по методике в соответствующем диапазоне (см. таблицу 1).

Стандартный образец анализируют в точном соответствии с процедурой, приведенной в разделе 7, обрабатывают результаты и устанавливают окончательный результат измерений $\bar{X}_к$, млн$^{-1}$ (см. 8.1, 8.2).

Результаты контроля признают удовлетворительными при выполнении неравенства

$$| \bar{X}_к - W_к | \le \sqrt{U_к^2 + U_{CO}^2}, \tag{13}$$

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

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

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

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

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

При отсутствии стандартного образца с аттестованным значением массовой доли ртути используют метод вариации массы пробы. Для проведения контрольных измерений отбирают две навески пробы, массы которых m_1 и m_2, мг, отличаются друг от друга 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

$$| \bar{X}_1 - \bar{X}_2 | \le \sqrt{U_1^2 + U_2^2} , \quad (14)$$

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

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

12 Требования безопасности

При проведении измерений следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 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 — в соответствии с нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт[1)].

[1)] В Российской Федерации действуют Межотраслевые правила по охране труда при производстве и применении ртути, утвержденные Постановлением Министерства труда и социального развития Российской Федерации от 14 октября 1999 г. № 37.

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 сигнал (см. 6.3.3.1). По завершении регистрации сигнала удаляют остатки пробы из дозатора проб и, если был зарегистрирован пик сигнала, то проводят интегрирование 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 Б). Регистрируют пик сигнала и проводят его интегрирование по 6.3.2.

А.3 Если пик сигнала от активированного угля не регистрируется (см. А.1) или если интегральный сигнал не превышает 3 % от интегрального сигнала для градуировочного раствора (см. А.2), то активированный уголь считают пригодным для проведения измерений. В противном случае следует 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 температуре 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. При отрицательных результатах контроля чистоты прокаленного угля рекомендуется заменить его партию, которую перед применением проверяют на чистоту в соответствии с А.1, А.2.

А.6 Хранить активированный уголь рекомендуется в сухом, герметично закрывающемся сосуде 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 двухромовокислого калия и доводят до метки дистиллированной водой.

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

Перед употреблением приготовленный раствор проверяют на чистоту, для чего регистрируют интегральный 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 сигнал от раствора разбавления не превышает 3 % величины интегрального сигнала от раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3.

Б.2 Приготовление основного 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 стандартного образца состава раствора ионов ртути массовой концентрации 1 г/дм^3 и доводят до метки раствором разбавления, тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 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 основного раствора ртути, приготовленного по Б.2 или градуировочного раствора № 7 раствором разбавления, например в соответствии с таблицей Б.1.

Т а б л и ц а 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 основного раствора ртути (см. 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 — не более 1 мес;
- №№ 4—7 — не более 3 мес.

Приложение В
(рекомендуемое)

Рекомендуемые массы пробы для анализа и температуры термодеструкции

В.1 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
Масличное сырье и жировые продукты		
Масло растительное	30—50	350—500
Маргарин, кулинарные жиры	30—50	350—500

Окончание таблицы В.1

Тип пробы	Масса пробы для анализа, мг	Температура термодеструкции, °С
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 алкогольные 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
Безалкогольные напитки	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 Результаты межлабораторных испытаний, проведенных в январе 2007 года в трех лабораториях с использованием стандартных образцов и проб продукции, приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1

Наименование и обозначение образца	Опорное значение $C_{оп}$, млн$^{-1}$	Общее среднее $\bar{X}$, млн$^{-1}$	Стандартное отклонение повторяемости S_r, млн$^{-1}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, млн$^{-1}$	Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	Выход η, %
Морские водоросли IAEA-140	0,0380	0,0365	0,0017	0,0034	4,7	9,3	96,1
Гомогенат рыбы IAEA-407	0,222	0,205	4,40	0,021	2,2	10,0	92,3
Мясо тунца IAEA-436	4,19	4,23	0,12	0,37	2,9	8,8	100,9
Мышцы акулы DORM2	4,68	4,26	0,10	0,33	2,4	7,8	91,0
Печень акулы DOLT2	2,14	2,13	0,066	0,13	3,1	6,0	99,4
Семга малой соли	—	0,0234	0,0011	0,0034	4,6	14,6	—
Кальмары натуральные обезглавленные без кожицы консервированные	—	0,0257	0,0010	0,0013	3,9	5,0	—
Печень трески консервированная	—	0,0113	0,0011	0,0033	9,5	29,6	—
Зерно пшеницы ГСО 3171-85	0,0230	0,0221	0,0021	0,0037	9,7	16,8	96,1
Клубни картофеля ГСО 8635—2004	0,0032	0,0029	0,00032	0,00069	11,1	23,6	91,3
Грибы белые сушеные	—	0,985	0,023	0,051	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 X, выраженное в процентах.

3 Под относительным стандартным отклонением воспроизводимости понимают отношение S_R к $\bar{X}$, выраженное в процентах.

4 Под выходом η понимают отношение $\bar{X}$ к $C_{оп}$, выраженное в процентах.

Г.2 Результаты применения 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, приведены 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	0,360	24	3,78	–0,78
Биота IAEA-452	0,15	0,020	80	0,137	–0,69

УДК 664:543.421:546.49:006.354

МКС 67.050
65.120

Ключевые слова: продукты пищевые, корма, ртуть, атомно-абсорбционный метод, термическая деструкция пробы, эффект Зеемана

БЗ 7—2018/89

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 06.07.2018. Подписано в печать 11.07.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ 34427—2018 Продукты пищевые и корма для животных. Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии на основе эффекта Зеемана

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 2 2023 г.)