

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
56931—  
2016

---

# ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

## Вольтамперометрический метод определения содержания ртути

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2016

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИ ТПУ) при участии ООО «ЮМХ», ООО «НПП Томьаналит», ЗАО «АКВИЛОН»

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 мая 2016 г. № 428-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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](http://www.gost.ru))*

© Стандартиформ, 2016

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 Термины и сокращения . . . . .	3
4 Сущность метода . . . . .	3
5 Требования к условиям выполнения измерений. . . . .	3
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы . . . . .	4
7 Подготовка к выполнению измерений . . . . .	5
8 Подготовка проб . . . . .	7
9 Выполнение измерений . . . . .	9
10 Обработка результатов . . . . .	10
11 Показатели точности и воспроизводимости метода измерений . . . . .	11
12 проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости . . . . .	12
13 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории . . . . .	13
Приложение А (рекомендуемое) Параметры измерений аналитических сигналов ртути методом вольтамперометрии . . . . .	14
Библиография. . . . .	15

## ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

## Вольтамперометрический метод определения содержания ртути

Foodstuffs and food raw materials. Voltammetric method of mercury content determination

Дата введения — 2017—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и продовольственное сырье (далее — продукты) и устанавливает вольтамперометрический метод определения содержания ртути.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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 2156—76 Реактивы. Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5550—74 Крупа гречневая. Технические условия

ГОСТ 5667—65 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 6687.0—86 Продукция безалкогольной промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269—2015 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7631—2008 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Методы определения органолептических и физических показателей

ГОСТ 9736—91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

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

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13586.3—2015 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

## ГОСТ Р 56931—2016

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 16317—87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 17536—82 Мука кормовая животного происхождения. Технические условия

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

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 26313—2014 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молочкосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

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

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28736—90 Корнеплоды кормовые. Технические условия

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

ГОСТ 31339—2006 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31730—2012 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31807—2012 Изделия хлебобулочные из ржаной и смеси ржаной и пшеничной муки. Общие технические условия

ГОСТ 32189—2013 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.753—2011 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения

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 6497—2011 Корма для животных. Отбор проб

ГОСТ Р 52377—2005 Изделия макаронные. Правила приемки и методы определения качества

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53597—2009 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ Р 54640—2011 Сахар. Правила приемки и методы отбора проб

**П р и м е ч а н и е** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов 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 «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Термины и сокращения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 8.563.

В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ИВ — инверсионно-вольтамперометрический или инверсионная вольтамперометрия;

ВА — вольтамперная (кривая), вольтамперограмма;

ХСЭ — хлорсеребряный электрод;

ГР — градуировочный раствор;

ГЭ — графитовый электрод.

### 4 Сущность метода

Сущность метода состоит в проведении ИВ измерения раствора пробы после ее предварительной подготовки.

Общая схема анализа представлена на рисунке 1.

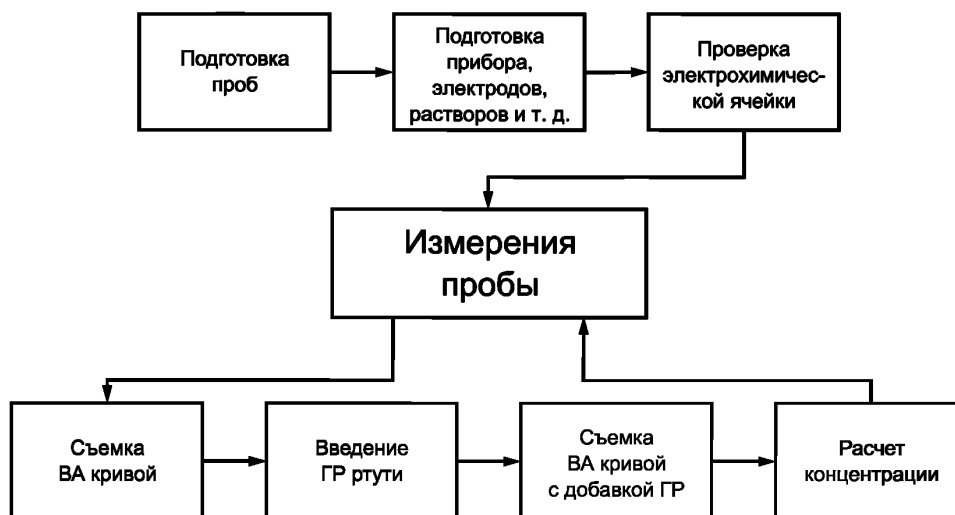


Рисунок 1 — Основные этапы анализа проб

Метод ИВ измерений ртути основан на способности элемента электрохимически осаждаться на индикаторном электроде при заданном потенциале предельного диффузионного тока, а затем растворяться при определенном потенциале, характерном для нее. Регистрируемый на вольтамперограмме аналитический сигнал ртути пропорционален его массовой концентрации в анализируемом растворе при определенных условиях.

Процесс электроосаждения ртути из раствора подготовленной пробы на индикаторном графитовом электроде проходит при потенциале электролиза, равном 0,0 В относительно ХСЭ, в течение заданного времени электролиза 1—5 мин. Процесс электрорастворения элемента с поверхности электрода и регистрации аналитического сигнала анодного пика на ВА кривой проводят при линейно-меняющемся (в сторону положительных значений) потенциале при заданной чувствительности прибора. Потенциал максимума анодного тока (пика) ртути на фоне азотной кислоты равен  $(0,60 \pm 0,05)$  В.

Массовую концентрацию ртути в пробе определяют методом добавок градуировочных растворов ртути.

### 5 Требования к условиям выполнения измерений

#### 5.1 Условия безопасного проведения работ

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

Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ Р 12.1.019.

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

### 5.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, владеющих техникой ИВ анализа и изучивших инструкцию по эксплуатации используемого оборудования.

### 5.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводят в следующих лабораторных условиях:

- температура окружающего воздуха . . . . . (25 ± 10) °С;
- атмосферное давление . . . . . (97 ± 10) кПа;
- относительная влажность . . . . . не более 80 %;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 5) Гц;
- напряжение в сети . . . . . (220 ± 22) В.

Помещение для проведения измерений должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией и подводкой воды.

## 6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

### 6.1 Средства измерений

Анализатор вольтамперометрический с двухэлектродной ячейкой-датчиком (индикаторный электрод, электрод сравнения), снабженный системой сбора и обработки данных (далее — анализатор)<sup>1)</sup>.

Допускается использование других электрохимических ячеек и других индикаторных электродов из углеродных материалов (пастового графитового, стеклоглерода, углеситалла), а также иных электродов, обеспечивающих точность измерений в соответствии с метрологическими характеристиками, приведенными в таблицах 2 и 3.

Стандартный образец состава раствора ионов ртути<sup>2)</sup> с относительной погрешностью не более 1,0 % при доверительной вероятности 0,95 по ГОСТ Р 8.753 и аттестованным значением массовой концентрации ртути 1 мг/см<sup>3</sup>.

Стандартный образец состава раствора ионов золота<sup>3)</sup> с относительной погрешностью не более ±1,0 % при доверительной вероятности 0,95 по ГОСТ Р 8.753 и аттестованным значением массовой концентрации золота 0,10 мг/см<sup>3</sup>; (100,0 мг/дм<sup>3</sup>).

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 специального класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г.

Дозаторы пипеточные с дискретностью установки доз 1,0 или 2,0 мм<sup>3</sup> по ГОСТ 28311.

### 6.2 Вспомогательное оборудование

Печь муфельная обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 50 °С до 650 °С с погрешностью измерений ±15 °С (например, типа ПМ-8 или МР-64-02-15 по ГОСТ 9736, или комплекс пробоподготовки<sup>4)</sup>, или программируемая печь<sup>4)</sup>.

<sup>1)</sup> Например, комплекс аналитический вольтамперометрический СТА или анализатор вольтамперометрический TA-Lab либо другой, позволяющий воспроизводить технические и метрологические характеристики, указанные в настоящем стандарте. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других средств измерений с аналогичными свойствами.

<sup>2)</sup> Например, ГСО 7263—96. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других ГСО с аналогичными характеристиками.

<sup>3)</sup> Например, ГСО 8429—2003. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других ГСО с аналогичными характеристиками.

<sup>4)</sup> Например, комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» или программируемая двухкамерная печь ПДП. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другой печи с аналогичными характеристиками.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или программируемая печь<sup>1)</sup>.

Аппарат для бидистилляции воды.

Гомогенизатор, изготовленный из инертного материала (титан, фторопласт, кварц и т. п.).

Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

Щипцы тигельные.

### 6.3 Посуда

Сборник для слива растворов ртути.

Стаканы или тигли кварцевые вместимостью 20—100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 19908.

Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-1-2-0,5; 2-1-2-1; 2-1-2-2; 2-1-2-5; 2-1-2-10 по ГОСТ 29227.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770:

колбы мерные 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2; 2-1000-2,

цилиндры 2-10-2; 4-50-2,

пробирки мерные П-2-5-14/23 ХС; П-2-10-14/23 ХС; П-2-15-14/23 ХС и пробки к ним.

Крышки-дефлегматоры из термостойкого стекла конусообразной формы диаметром 25—35 мм, высотой 20—25 мм для стаканчиков.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 50; 100; 150 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

### 6.4 Реактивы и материалы

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 11125, ос. ч.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 14262, ос. ч.

Вода по ГОСТ Р 52501 не ниже первой степени чистоты или дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная с добавлением серной кислоты (5,0 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и 3,5 см<sup>3</sup> 3 %-ного раствора калия марганцовокислого на 1,0 дм<sup>3</sup> воды).

Пероксид водорода по ГОСТ 10929.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, х. ч.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156, х. ч.

Бумага индикаторная универсальная, 1—14 ед. рН.

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

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также реактивов, посуды и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

## 7 Подготовка к выполнению измерений

### 7.1 Отбор проб

Отбор проб проводят:

- алкогольных и безалкогольных напитков — по ГОСТ 6687.0, ГОСТ 31730;

- овощей, фруктов и продуктов их переработки — по ГОСТ 26313;

- мяса и мясопродуктов — по ГОСТ Р 53597, ГОСТ 7269, ГОСТ 9792;

- рыбы, морепродуктов, нерыбных объектов промысла и продуктов, вырабатываемые из них — по ГОСТ 7631, ГОСТ 31339;

- муки, крупы, хлеба, хлебобулочных и мукомольно-крупяных изделий — по ГОСТ 5550, ГОСТ 5667, ГОСТ 27668, ГОСТ 31807, ГОСТ Р 52377;

- зерна и продуктов его переработки, силоса из зеленых растений, кормов, комбикормов, комбикормового сырья и кормовых добавок — по ГОСТ Р ИСО 6497, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 28736, ГОСТ 17536;

- молока и молочных продуктов — по ГОСТ 26809.1, ГОСТ 26809.2, ГОСТ 32189;

- сахара — по ГОСТ Р 54640.

### 7.2 Подготовка средств измерений и вспомогательного оборудования к работе

Подготовку и проверку работы средств измерений и вспомогательного оборудования проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующего прибора.

Устанавливают режим работы приборов в соответствии с приложением А.

<sup>1)</sup> Например, комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» или программируемая двухкамерная печь ПДП. Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другой печи с аналогичными характеристиками.



### 7.3 Подготовка и проверка лабораторной посуды

7.3.1 Новую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промывают азотной кислотой и многократно — бидистиллированной водой. Кварцевые стаканчики дополнительно кипятят в разбавленной (1:1) серной кислоте в течение 10—20 мин и прокаливают в муфельной печи при температуре 450 °С—500 °С в течение 10—15 мин.

Стаканчики после анализа пробы протирают бумажным фильтром с питьевой содой (двууглекислым натрием), ополаскивают бидистиллированной водой и прокаливают в муфельной печи при температуре 500 °С—550 °С в течение 10—15 мин. Хранят в эксикаторе в сухом виде.

7.3.2 Проверку стаканчиков для анализа на чистоту проводят путем регистрации вольтамперограмм фонового электролита после многократного ополаскивания их бидистиллированной водой и фоновым электролитом.

Оптимальными являются такие качества реактивов и чистота посуды, когда на регистрируемых вольтамперограммах отсутствуют пики ртути или их ток близок к нулю (допустимая высота пиков приведена в инструкции по эксплуатации анализатора).

### 7.4 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения

#### 7.4.1 Подготовка индикаторного графитового электрода (ГЭ)

ГЭ представляет собой графитовый торцевой электрод, изготовленный из пропитанного различными веществами графитового стержня с диаметром рабочей поверхности 3—5 мм. Рабочую поверхность графитового электрода перед работой предварительно отшлифовывают на бумажном фильтре. Электрохимическое нанесение пленки золота на рабочую поверхность ГЭ проводят непосредственно в процессе электролиза в анализируемом растворе.

После проведения анализов ГЭ ополаскивают водой и хранят в сухом виде.

#### 7.4.2 Подготовка к работе электрода сравнения

В качестве электрода сравнения используют ХСЭ.

ХСЭ представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой хлоридом серебра, помещенную в тефлоновый корпус с полупроницаемой пробкой. Конец серебряной проволоки имеет токовый контактный контакт для подключения к прибору.

Электрод сравнения заполняют раствором хлорида калия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>. Хранят электроды в стаканчике с раствором хлорида калия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>. Заполняют электроды по мере необходимости (примерно один раз в месяц).

### 7.5 Приготовление растворов

7.5.1 Основной раствор ртути массовой концентрации 100 мг/дм<sup>3</sup> готовят из стандартного образца состава раствора ионов ртути (ГСО) с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 г/дм<sup>3</sup> (1000 мг/дм<sup>3</sup>).

Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> с помощью мерной пипетки или дозатора вносят 5,0 см<sup>3</sup> ГСО состава раствора ионов ртути массовой концентрации 1000 мг/дм<sup>3</sup> и 0,5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, доводят объем до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Основной раствор ртути массовой концентрации 100 мг/дм<sup>3</sup> устойчив в течение 6 мес.

7.5.2 Градуировочные растворы ртути серий ГР-1, ГР-2, ГР-3 и ГР-4 массовой концентрации 10,0; 2,0; 1,0 и 0,5 мг/дм<sup>3</sup> готовят соответствующими разбавлениями растворов в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой согласно таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Массовая концентрация исходного раствора для приготовления ГР, мг/дм <sup>3</sup>	Отбираемый объем, см <sup>3</sup>	Объем используемой мерной посуды, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация приготовленного раствора ГР, мг/дм <sup>3</sup>	Обозначение раствора ГР
100,0	2,50	25	10,0	ГР-1
100,0	0,50	25	2,0	ГР-2
10,0	2,50	25	1,0	ГР-3
10,0	1,25	25	0,5	ГР-4

Рабочие растворы ГР-1 хранят не более 30 дней; ГР-2 и ГР-3 — не более 10 дней, ГР-4 — не более 3 дней.

### 7.5.3 Приготовление раствора хлорида калия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>

На весах неавтоматического действия берут навеску хлорида калия массой  $(7,46 \pm 0,10)$  г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и растворяют. После полного растворения доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

### 7.5.4 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, наполовину заполненную бидистиллированной водой, с помощью дозатора или мерной пипетки вносят 6,4 см<sup>3</sup> раствора концентрированной азотной кислоты и, после перемешивания, доводят объем раствора в колбе до метки бидистиллированной водой. Тщательно перемешивают раствор.

## 8 Подготовка проб

### 8.1 Подготовка проб алкогольных и безалкогольных напитков

Пробу анализируемого напитка объемом 0,5—5,0 см<sup>3</sup>, взятую с помощью пипетки или дозатора с точностью до 0,01 см<sup>3</sup>, помещают в кварцевый стаканчик вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>, добавляют 0,5—1,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. Стаканчик накрывают крышкой-дефлегматором, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду, затем стаканчик помещают на плитку или комплекс пробоподготовки, выдерживают 20—30 мин при температуре 80 °С—100 °С до полного осветления пробы. Воду в крышке меняют по мере нагревания (через 5—10 мин).

Далее выполняют операции по 8.9.

### 8.2 Подготовка проб овощей, фруктов и продуктов их переработки

Навеску анализируемой пробы массой от 0,1 до 0,2 г с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001$  г, помещают в кварцевый стаканчик вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>, добавляют 1,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, накрывают крышкой-дефлегматором, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду.

Помещают стаканчик с крышкой на плитку или комплекс пробоподготовки и выдерживают при температуре 100 °С до полного растворения пробы. Воду в крышке меняют по мере нагревания (через 5—10 мин).

Далее выполняют операции по 8.9.

### 8.3 Подготовка проб мяса и мясопродуктов

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001$  г, помещают в кварцевый стаканчик вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>, добавляют 2,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, накрывают крышкой-дефлегматором, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду.

Стаканчик с крышкой помещают на плитку или комплекс пробоподготовки и выдерживают при температуре 100 °С до полного растворения пробы. Воду в крышке меняют по мере нагревания (через 5—10 мин).

После растворения пробы стаканчик снимают с плитки или вынимают из комплекса, снимают крышку, стаканчик охлаждают до комнатной температуры и помещают на 10—15 мин в морозильную камеру холодильника для замораживания жировых остатков пробы. Вынимают стаканчик из холодильника, стеклянной палочкой убирают застывший жир.

Снова стаканчик накрывают крышкой, помещают на плитку или комплекс пробоподготовки и нагревают в течение 5 мин при температуре 100 °С. Вынимают стаканчик, слегка охлаждают.

Из стаканчика с помощью пипетки или дозатора отбирают аликвоту пробы объемом 0,50 см<sup>3</sup>, помещают в другой кварцевый стаканчик, добавляют 0,4 см<sup>3</sup> концентрированного пероксида водорода, накрывают крышкой, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду.

Далее выполняют операции по 8.9.

### 8.4 Подготовка проб рыбы, морепродуктов, нерыбных объектов промысла и продуктов, вырабатываемые из них

Для анализа берут навеску бескостного мяса и гомогенизируют. Перед измельчением свежих проб их замораживают (при температуре минус 20 °С).

Подготовку проб рыбы, морепродуктов, нерыбных объектов промысла и продуктов, вырабатываемых из них, проводят одним из следующих способов (с использованием комплекса пробоподготовки — способ I; с использованием программируемой печи — способ II):

## а) способ I

Навеску гомогенизированной пробы массой от 1 до 2 г с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001$  г, помещают в кварцевый стаканчик вместимостью 20—25 см<sup>3</sup> (с меткой на 10 см<sup>3</sup>), добавляют 5,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, накрывают крышкой-дефлегматором, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду. Стаканчик с пробой для полного растворения оставляют на ночь или сразу помещают стаканчик с крышкой на плитку или комплекс пробоподготовки при температуре 80 °С—100 °С и выдерживают до полного растворения пробы. Воду в крышке меняют по мере нагревания.

После растворения пробы стаканчик с крышкой снимают с плитки, охлаждают до комнатной температуры. Поверхность крышки, которая была опущена в стаканчик, осторожно ополаскивают над стаканчиком концентрированной азотной кислотой (так, чтобы кислота сливалась в стаканчик с пробой), доводят объем пробы в стаканчике до метки (10 см<sup>3</sup>) концентрированной азотной кислотой.

Затем из этого стаканчика отбирают аликвоту растворенной пробы объемом 0,5—1,0 см<sup>3</sup>, взятую с точностью до 0,01 см<sup>3</sup>, помещают в другой чистый кварцевый стаканчик, накрывают крышкой, наливают в углубление крышки бидистиллированную воду.

Далее выполняют операции по 8.9.

## б) способ II

Навеску пробы массой 0,2 г с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001$  г, помещают в чистый кварцевый стаканчик, проверенный на чистоту, на стаканчике предварительно наносят метку на уровне примерно 10 см<sup>3</sup>. В стаканчик с пробой добавляют 2,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и 2,0 см<sup>3</sup> концентрированного пероксида водорода.

Стаканчик накрывают крышечкой и помещают на плитку или в выпариватель программируемой печи. Выдерживают при температуре 80 °С—90 °С до полного растворения пробы (20—30 мин). Постепенно поднимают температуру до 170 °С—190 °С. При слабом кипении упаривают раствор до половины объема. Стаканчик снимают с плитки и охлаждают.

Добавляют 2,0 см<sup>3</sup> концентрированного пероксида водорода. Выдерживают раствор при температуре 80 °С—90 °С. Постепенно поднимают температуру до 170 °С—190 °С. При слабом кипении упаривают раствор до половины объема. Стаканчик снимают с плитки и охлаждают.

Повторяют операцию. Добавляют 2,0 см<sup>3</sup> концентрированного пероксида водорода. Выдерживают раствор при температуре 80 °С—90 °С. Постепенно поднимают температуру до 170 °С—190 °С. При слабом кипении упаривают раствор до объема 1,0—1,5 см<sup>3</sup>.

Доводят объем раствора до 10,0 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой, омывая крышечки и стенки стаканчика.

Для ИВ измерений вносят аликвоту подготовленной пробы объемом 0,5—1,0 см<sup>3</sup> в стаканчик с проверенным по 7.3.2 на чистоту раствором фоновго электролита.

**8.5 Подготовка проб муки, крупы, хлеба, хлебобулочных и мукомольно-крупяных изделий**

Навеску мелкоизмельченной пробы массой от 0,10 до 0,15 г с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001$  г, помещают в чистый кварцевый стаканчик вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>, добавляют 1,0 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и 1,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. Стаканчик накрывают крышкой-дефлегматором, в крышку наливают бидистиллированную воду. Стаканчик помещают на плитку или в комплекс пробоподготовки при температуре 100 °С—105 °С и выдерживают до полного растворения пробы.

Далее выполняют операции по 8.9.

**8.6 Подготовка проб зерна и продуктов его переработки, силоса из зеленых растений, кормов, комбикормов, комбикормового сырья и кормовых добавок**

Пробу анализируемого продукта массой 0,25 г с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001$  г помещают в чистый кварцевый стаканчик вместимостью 20—25 см<sup>3</sup>. Добавляют 4,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. Стаканчик накрывают крышкой-дефлегматором, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду, помещают в комплекс пробоподготовки или на плитку, при температуре 100 °С—110 °С выдерживают до полного растворения пробы.

Из этого раствора в три чистых стаканчика отбирают аликвоты пробы объемом по 0,5 см<sup>3</sup>. Добавляют в каждый стаканчик по 1,0 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> концентрированного пероксида водорода. Стаканчики накрывают крышками-дефлегматорами (в углубление крышек наливают бидистиллированную воду), помещают на плитку или в комплекс пробоподготовки и выдерживают при температуре 120 °С в течение 3 час, добавляя по 0,4 см<sup>3</sup> концентрированного пероксида водорода через каждые 40—45 мин. Воду в крышках меняют через 10—15 мин.

Стаканчики вынимают, охлаждают, ополаскивают бидистиллированной водой кончик крышки-дефлегматора, который был опущен в стаканчик, доводят объем раствора в стаканчике до объема  $10 \text{ см}^3$ . В стаканчик с пробой добавляют по  $0,04 \text{ см}^3$  раствора ионов золота массовой концентрации золота  $0,10 \text{ мг/см}^3$  ( $100 \text{ мг/дм}^3$ ).

Проба готова для анализа.

### 8.7 Подготовка проб молока и кисломолочных продуктов

Пробу анализируемого продукта массой от  $0,5$  до  $1,0 \text{ г}$  (молоко, кефир, йогурт, сливки, сметана) или  $0,2 \text{ г}$  (творог) с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001 \text{ г}$ , помещают в кварцевый стаканчик вместимостью  $20—25 \text{ см}^3$ , добавляют  $1,0 \text{ см}^3$  концентрированной азотной кислоты, накрывают крышкой-дефлегматором, в углубление крышки наливают бидистиллированную воду.

Стаканчик с крышкой помещают на плитку или в комплекс пробоподготовки, выдерживают при температуре  $110 \text{ }^\circ\text{C}—120 \text{ }^\circ\text{C}$  до полного растворения пробы. Воду в крышке меняют через  $5—7$  мин в течение всей химической обработки пробы.

Далее выполняют операции по 8.9.

### 8.8 Подготовка проб сахара

Пробу анализируемого продукта массой от  $0,1$  до  $0,2 \text{ г}$  с допускаемой абсолютной погрешностью  $\pm 0,001 \text{ г}$ , помещают в кварцевый стаканчик вместимостью  $20—25 \text{ см}^3$ , добавляют  $0,5 \text{ см}^3$  бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения пробы, добавляют  $1,0 \text{ см}^3$  концентрированной азотной кислоты.

Далее выполняют операции по 8.9.

8.9 После растворения пробы стаканчик снимают с плитки или вынимают из комплекса пробоподготовки, добавляют  $0,5 \text{ см}^3$  концентрированного пероксида водорода. Стаканчик с пробой (накрытый крышкой-дефлегматором) помещают на плитку, выдерживают  $30$  мин при температуре  $120 \text{ }^\circ\text{C}—140 \text{ }^\circ\text{C}$  (воду в крышке меняют по мере нагревания).

Концентрированный пероксид водорода добавляют еще три раза также по  $0,5 \text{ см}^3$  через каждые  $30$  мин.

Затем стаканчик снимают с плитки, охлаждают, конус крышки ополаскивают бидистиллированной водой (объемом  $8—10 \text{ см}^3$ ) таким образом, чтобы бидистиллированная вода стекала в стаканчик с обработанной пробой.

В стаканчик с пробой добавляют по  $0,04 \text{ см}^3$  стандартного образца состава раствора ионов золота массовой концентрации золота  $0,10 \text{ мг/см}^3$  ( $100 \text{ мг/дм}^3$ ).

Проба готова к выполнению измерений.

8.10 Подготовку «холостой» пробы проводят аналогично 8.1—8.9 добавляя те же реактивы, в тех же количествах и последовательности, но без анализируемой пробы, используя вместо нее бидистиллированную воду с массовой концентрацией ртути менее  $0,00005 \text{ мг/дм}^3$ .

### 8.11 Контроль чистоты реактивов

Контроль чистоты реактивов проводят для каждой новой партии используемых реактивов или при сомнениях в чистоте реактивов путем проведения анализа «холостой пробы».

Проводят подготовку «холостой пробы» в соответствии с 8.10. Проводят анализ «холостой пробы» аналогично анализу реальной пробы.

Если на вольтамперограммах «холостой пробы» были зарегистрированы пики определяемого элемента, необходимо учесть загрязнение реактивов при вычислении результатов анализа реальных проб. Для этого вычисляют значение «холостой пробы» применительно к каждой пробе. Вычисление результата измерений «холостой пробы» проводят с учетом массы конкретной пробы. Полученный результат измерений «холостой пробы» вычитают из результата анализируемой пробы. Если значение «холостой пробы» составляет более  $30 \%$  результата анализа пробы, необходимо провести замену реактивов на более чистые.

## 9 Выполнение измерений

При анализе проводят измерения двух параллельных и одной резервной проб. Результат, полученный при измерении резервной пробы, используют в том случае, когда абсолютное расхождение между двумя результатами анализа превышает значение допускаемого предела повторяемости.

При выполнении ВА измерений для определения массовой концентрации ртути выполняют следующие операции:

- устанавливают параметры измерений в соответствии с рекомендациями изготовителя согласно таблице А.1 приложения А;
  - проводят проверку электрохимической ячейки (электроды, раствор фонового электролита) на чистоту;
  - проводят регистрацию вольтамперограммы — аналитического сигнала ( $I_1$ ) элемента в растворе подготовленной пробы;
  - проводят регистрацию вольтамперограммы — аналитического сигнала ( $I_2$ ) элемента в растворе пробы с введенной добавкой ГР элемента.
- Введенная добавка ГР элемента выбирается ориентировочно из расчета в соотношении с определяемым содержанием его в пробе 1:1.
- Величина аналитического сигнала (пика) элемента пропорциональна массовой концентрации ртути в анализируемом растворе.

## 10 Обработка результатов

10.1 Массовую концентрацию ртути в анализируемой пробе  $X$ , мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) вычисляют с помощью программного обеспечения анализатора по формуле

$$X = \frac{I_{\text{пробы}} C_{\text{добавки}} V_{\text{добавки}} V_{\text{минерализата}}}{(I_{\text{пробы с добавкой}} - I_{\text{пробы}}) V_{\text{аликвоты}} M_{\text{пробы}}}, \quad (1)$$

- где  $I_{\text{пробы}}$  — высота тока пика ртути на кривой пробы, А;
- $C_{\text{добавки}}$  — массовая концентрация ГР ртути, мг/дм<sup>3</sup>;
- $V_{\text{добавки}}$  — объем добавки ГР ртути, см<sup>3</sup>;
- $V_{\text{минерализата}}$  — объем минерализата, см<sup>3</sup>;
- $I_{\text{пробы с добавкой}}$  — высота тока пика на ВА кривой пробы с добавкой ГР ртути, А;
- $V_{\text{аликвоты}}$  — объем аликвоты, см<sup>3</sup>;
- $M_{\text{пробы}}$  — масса (объем) навески пробы, г (см<sup>3</sup>).

10.2 За результат измерений  $\bar{X}$  принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости  $X_1, X_2$  (параллельных определений), для которых выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (2)$$

где  $r$  — предел повторяемости (максимально допустимое расхождение для двух параллельных результатов определений) (см. таблицу 3), мг/кг или мг/дм<sup>3</sup>.

10.3 При невыполнении условия (2) получают дополнительно еще один результат и устанавливают окончательный результат измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6

$$|X_{\text{max}} - X_{\text{min}}| \leq CR_{0,95}(3), \quad (3)$$

где  $CR_{0,95}(3)$  — критический диапазон (максимально допустимое расхождение для трех параллельных результатов определений) (см. таблицу 3), мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>);

- $X_{\text{min}}$  — минимальное значение измерения;
- $X_{\text{max}}$  — максимальное значение измерения.

10.4 При невыполнении условия (3) в качестве окончательного результата измерений принимают медиану трех результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (параллельных определений). Дополнительно выявляют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (2).

10.5 Результаты измерений хранят в памяти компьютера (при использовании компьютеризированного вольтамперометрического анализатора) или оформляют записью в журнале.

10.6 Результат измерений (анализа) представляют в следующем виде

$$(\bar{X} \pm \Delta), \text{ мг/кг или мг/дм}^3, P = 0,95, \quad (4)$$

где  $\bar{X}$  — результат измерений, полученный в соответствии с настоящим стандартом, мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>);

$\pm \Delta$  — значение границ абсолютной погрешности, мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>), вычисленный по формуле

$$\Delta = 0,01 \delta \bar{X}, \quad (5)$$

где  $\delta$  — относительное значение показателя точности измерений, приведенное в таблице 2.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности, содержащее не более двух значащих цифр.

Если полученный результат анализа составляет значение, меньшее нижней границы диапазона измерений, согласно таблице 2, то в протоколах анализа указывают «менее нижней границы диапазона измерений (приводят конкретное значение по таблице 2)».

Если содержание элемента в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых концентраций, допускается разбавление (до 10 раз) подготовленной к ИВ-измерению пробы или взятие меньшей аликвоты подготовленной пробы.

Если содержание элемента выходит за нижнюю границу (не более, чем на порядок), допускается взятие большей аликвоты или увеличение времени электронакопления.

## 11 Показатели точности и воспроизводимости метода измерений

При соблюдении всех условий и в соответствии с [1] показатели точности результатов измерения массовой концентрации ртути в указанном диапазоне измеряемых концентраций при доверительной вероятности  $P = 0,95$  соответствуют значениям, приведенным в таблице 2.

Т а б л и ц а 2

Наименование анализируемой продукции	Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> );	Показатели точности		
		Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_p$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$ ) $\pm \sigma$ , %
Напитки алкогольные и безалкогольные	От 0,0005 до 0,01 включ.	13	18	36
	Св. 0,01 до 0,1 включ.	11	15	30
Овощи, фрукты и продукты их переработки	От 0,01 до 0,1 включ.	10	17	38
Мясо и мясопродукты	От 0,01 до 0,20 включ.	6	14	28
Рыба, морепродукты, нерыбные объекты промысла и продукты, вырабатываемые из них	От 0,004 до 0,2 включ.	18	20	40
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	14	18	38
Мука, крупа, хлеб, хлебобулочные и мукомольно-крупяные изделия	От 0,007 до 0,1 включ.	12	18	40
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	9	13	30
Зерно и продукты его переработки, силос из зеленых растений, корма, комбикорма, комбикормовое сырье и кормовые добавки	От 0,01 до 50 включ.	8	16	32
Молоко и кисломолочные продукты	От 0,002 до 0,05 включ.	10	16	33
Сахар	От 0,005 до 0,5 включ.	12	17	35

## 12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

12.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях,  $n = 2$ ), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 3.

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

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R, \quad (6)$$

где  $\bar{X}_1$  и  $\bar{X}_2$  — результаты измерений массовой концентрации элемента, полученные в каждой лаборатории — среднеарифметические значения двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, для которых выполняется условие (2);

$R$  — предел воспроизводимости, выраженный в абсолютных единицах (см. таблицу 3).

12.3 При выполнении условия (6) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение.

Т а б л и ц а 3

Наименование анализируемой продукции	Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Предел повторяемости (абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости) $r$ , мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ), $P = 0,95$	Критический диапазон (абсолютное значение допускаемого расхождения между наибольшим и наименьшим из трех результатов измерений, полученных в одной лаборатории в условиях повторяемости) $CR_{0,95}(3)$ , мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ), $P = 0,95$	Предел воспроизводимости (абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) $R$ , мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ), $P = 0,95$
Напитки алкогольные и безалкогольные	От 0,0005 до 0,01 включ.	$0,36\bar{X}$	$0,43\bar{X}$	$0,50\bar{X}$
	Св. 0,01 до 0,1 включ.	$0,30\bar{X}$	$0,50\bar{X}$	$0,42\bar{X}$
Овощи, фрукты и продукты их переработки	От 0,01 до 0,1 включ.	$0,28\bar{X}$	$0,33\bar{X}$	$0,47\bar{X}$
Мясо и мясопродукты	От 0,01 до 0,20 включ.	$0,17\bar{X}$	$0,26\bar{X}$	$0,39\bar{X}$
Рыба, морепродукты, нерыбные объекты промысла и продукты, вырабатываемые из них	От 0,004 до 0,2 включ.	$0,50\bar{X}$	$0,60\bar{X}$	$0,55\bar{X}$
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	$0,39\bar{X}$	$0,46\bar{X}$	$0,50\bar{X}$
Мука, крупа, хлеб, хлебобулочные и мукомольно-крупяные изделия	От 0,007 до 0,1 включ.	$0,33\bar{X}$	$0,40\bar{X}$	$0,50\bar{X}$
	Св. 0,1 до 1,0 включ.	$0,25\bar{X}$	$0,30\bar{X}$	$0,36\bar{X}$
Зерно и продукты его переработки, силос из зеленых растений, корма, комбикорма, комбикормовое сырье и кормовые добавки	От 0,01 до 50 включ.	$0,22\bar{X}$	$0,26\bar{X}$	$0,44\bar{X}$
Молоко и кисломолочные продукты	От 0,002 до 0,05 включ.	$0,27\bar{X}$	$0,33\bar{X}$	$0,44\bar{X}$
Сахар	От 0,005 до 0,5 включ.	$0,34\bar{X}$	$0,40\bar{X}$	$0,47\bar{X}$

Окончание таблицы 3

Наименование анализируемой продукции	Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Предел повторяемости (абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в одной лаборатории в условиях повторяемости) $r$ , мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ), $P = 0,95$	Критический диапазон (абсолютное значение допускаемого расхождения между наибольшим и наименьшим из трех результатов измерений, полученных в одной лаборатории в условиях повторяемости) $CR_{0,95}(3)$ , мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ), $P = 0,95$	Предел воспроизводимости (абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) $R$ , мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ), $P = 0,95$
$\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации элемента, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ); $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> ).				

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

### 13 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют в соответствии с [2] или по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности промежуточной прецизионности и правильности.

13.2 Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и по ГОСТ Р 8.563.

13.3 Рекомендуется устанавливать не менее одного контролируемого периода в год. В пределах контролируемого периода получают не менее 20 результатов контрольных измерений для построения контрольных карт Шухарта.



**Приложение А**  
**(рекомендуемое)**

**Параметры измерений аналитических сигналов ртути методом вольтамперометрии**

Т а б л и ц а А.1

Параметры	Режимы работы анализаторов вольтамперометрических			
	АКВ-07МК (ЗАО «Аквилон»)*	ЭКОТЕСТ-АВЛ (НПП «Эконикс»)*	СТА (ООО «ЮМХ»)*	ТА-Lab и ТА-Уни- версал (ООО НПП Томьаналит)*
Система измерения	Трехэлектрод- ная	Трехэлектрод- ная	Двухэлектрод- ная	Двухэлектрод- ная
Развертка потенциала	Положитель- ная	Положитель- ная	Накопительная	Постоянното- ковая
Электроды: индикаторный (рабочий)  сравнения	АКУ-2 «золо- той» ХСЭ	УСЭ  ХСЭ	ГЭ  ХСЭ	Золотоугле- родсодержа- щий ХСЭ
Поляризующее напряжение для электронакопления элемента, В	минус 0,25	минус 0,25	0,00	минус 0,60
Потенциал начала регистрации вольтамперограмм, В	минус 0,25	минус 0,25	0,00	0,300
Конечное напряжение развертки, В	1,7	1,7	0,85	0,750
Потенциал пика, В	0,7	0,7	0,60 ± 0,05	
Скорость линейного изменения по- тенциала, мВ/с	50	50	30—40	40
Время накопления, с	60—300	60—300	60—120	60—120
Фоновый электролит	Раствор хлорной кислоты + соля- ная кислота молярной концентрации 0,1 моль	Раствор хлор- ной кисло- ты + соляная кислота моляр- ной concentra- ции 0,1 моль	Раствор азотной кислоты моляр- ной concentra- ции 0,12 моль/дм <sup>3</sup> ± 0,04 см <sup>3</sup> раст- вора ионов зо- лота концентрации 100 мг/дм <sup>3</sup>	Раствор азотной кислоты моляр- ной concentra- ции 0,05 моль/дм <sup>3</sup> ± 0,02 см <sup>3</sup> раст- вора хлорида калия молярной концентрации 1,0 моль/дм <sup>3</sup>
* Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является под- держкой указанного продукта.				

### Библиография

- [1] РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
- [2] РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Ключевые слова: продукты пищевые, продовольственное сырье, инверсионно-вольтамперометрический метод, содержание ртути

---

Редактор *К.В. Дудко*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.Е. Нестерова*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 31.05.2016. Подписано в печать 14.06.2016. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 40 экз. Зак. 1496.  
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)