*Изображение государственного Герба Республики Казахстан*

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**УПАКОВКА ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ.**

**Определение металлов в водной вытяжке**

**методом атомно абсорбционной спектрометрии**

**СТ РК**

*Настоящий стандарт не подлежит применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Астана**

**Предисловие**

**1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан от \_\_\_\_\_

**3** В настоящем стандарте реализованы нормы ТР ТС (005/2011) «О безопасности упаковки».

**4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях стандартов. В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в периодически издаваемых информационных указателях стандартов*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Содержание**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | Область применения | 1 |
| 2 | Нормативные ссылки | 1 |
| 3 | Термины и определения | 2 |
| 4 | Сущность метода измерения | 2 |
| 5 | Метрологические характеристики измерений | 2 |
| 6 | Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы | 2 |
| 7 | Требования безопасности и охраны окружающей среды | 4 |
| 8 | Требования к квалификации операторов | 4 |
| 9 | Условия проведения измерений | 4 |
| 10 | Отбор, подготовка и хранение проб | 4 |
| 11 | Подготовка к выполнению измерений | 5 |
| 12 | Выполнение измерений | 9 |
| 13 | Обработка и представление результата измерений | 10 |
| 14 | Контроль качества результатов измерений | 10 |
| Приложение А | | 12 |
| Библиография | | 13 |

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**УПАКОВКА ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ.**

**Определение металлов в водной вытяжке**

**методом атомно абсорбционной спектрометрии \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

**Дата введения \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

# 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на упаковку для контакта с пищевыми продуктами и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовых концентраций металлов в водной вытяжке и модельной среде, в диапазоне массовых концентраций: свинца - от 0,00015 до 0,025 мг/дм3, цинка - от 0,25 до 10,0 мг/дм3, хрома - от 0,02 до 1,00 мг/дм3, в целях оценки соответствия требованиям гигиенической безопасности, установленным в ТР ТС 005/2011.

Положения настоящего стандарта предназначены для метрологического обеспечения измерений, в соответствии с [1] - [2].

# 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы по стандартизации:

СТ РК 2729-2015 Качество воды. Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

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 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

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. Технические условия.

ГОСТ 3771-74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия.

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 10157-2016 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия.

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия.

ГОСТ 11088-75 Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия.

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.

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

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

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

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применяются термины по [2].

**4 Сущность метода измерения**

Атомно-абсорбционный метод основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся при атомизации пробы в графитовой кювете атомно-абсорбционного спектрометра.

**5 Метрологические характеристики измерений**

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

**Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих (Р=0,95)**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Элемент | Диапазон измерений массовой концентрации,  мг/дм3 | Показатель | | |
| повторяемости  *σr*, % | воспроизводимости  *σR*, % | точности (границы погрешности при вероятности *Р=0,95)*  *± δ\**, % |
| Свинец | от 0,00015 до 0,025 включ. | 34 | 49 | 35 |
| Цинк | от 0,25 до 10,0 включ. | 18 | 28 | 20 |
| Хром | от 0,02 до 1,00 включ. | 17 | 25 | 25 |
| \* Показатель точности в виде относительной погрешности результата измерений *δ* с доверительной вероятностью 0,95 соответствует расширенной неопределенности *U* при коэффициенте охвата *k* = 2 для уровня доверия 0,95 | | | | |

**6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы**

6.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрометр или спектрофотометр атомно-абсорбционный (далее - прибор) любого типа, имеющий рабочий спектральный диапазон от 190 до 600 нм, с электротермическим атомизатором (графитовой кюветой) с системой коррекции фона, снабженный необходимыми источниками излучения - лампами с полым катодом или безэлектродными высокочастотными лампами, автосемплером (при наличии технической возможности) и графитовыми кюветами с пиролитическим покрытием.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г.

Дозаторы пипеточные переменного объема вместимостью от 5 до 50 или от 10 до 100 мм3.

Дозаторы пипеточные вместимостью от 100 до 1000 мм3.

Стандартные образцы (СО) утвержденного типа состава растворов ионов свинца, цинка и хрома с аттестованным значением массовой концентрации 1000 мг/дм3 (1 г/дм3) и погрешностью аттестованного значения не более ±2%.

Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2, 1-500-2 или другого исполнения по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-2-0,5; 1-1-2-1; 1-1-2-5 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой 1-2-5 или других исполнений по ГОСТ 29169.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908 или стеклянные термостойкие любого исполнения вместимостью 150 см3 или 250 см3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические термостойкие вместимостью 250 см3 по ГОСТ 25336.

Бидистиллятор стеклянный БС по [3] или установка для получения деионизированной воды.

Плитка электрическая по ГОСТ 14419 или баня песчаная, или микроволновая печь с закрытыми стаканами.

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру от 2 °С до 8 °С.

6.2 Реактивы и материалы

Азотная кислота, концентрированная по ГОСТ 11125, ос.ч. - для приготовления растворов и подготовки проб; по ГОСТ 4461, х.ч. - для подготовки посуды.

Соляная кислота концентрированная по ГОСТ 14261, ос.ч.

Водорода пероксид, массовая доля 30 % по ГОСТ 10929, х.ч.

Раствор нитрата палладия массовой концентрации 10 г/дм3.

Нитрат магния шестиводный по ГОСТ 11088, ч.д.а.

Аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, бидистиллированная, или вода 2-ой степени чистоты по СТ РК 2729 (деионизированная)

Аргон газообразный высокой чистоты (массовая доля основного вещества не менее 99,99 %) по ГОСТ 10157.

Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 и 5,0 мкм (тип МФА-МА по [4] или аналогичные.

Фильтры обеззоленные «белая лента» по [5].

Бумага индикаторная универсальная по [6].

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования, посуды, материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных и химических реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

**7 Требования безопасности и охраны окружающей среды**

7.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

7.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

7.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

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

**8 Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, отвечающих квалификационным требованиям и получивших допуск к работе в порядке, установленном в лаборатории и освоившие методику.

**9 Условия проведения измерений**

9.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22 ± 5) °С;

- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);

- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С.

9.2 При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

**10 Отбор, подготовка и хранение проб**

10.1 Отбор и консервирование

10.1.1 Для испытания отбирают количество изделий упаковки, необходимое для получения 1 дм3 вытяжки, исходя из соотношения площади поверхности образца к объему модельной среды 1:1. Анализ проб желательно выполнить не позднее 4 ч с момента отбора пробы. В течение суток пробы можно хранить в холодильнике при температуре не выше 5 °С.

10.1.2 Конструкция устройства для отбора проб должна исключать возможность контакта пробы с металлическими частями. Части, контактирующие с пробой, должны быть выполнены из пластика, не загрязняющего пробу элементами и допускающего очистку разбавленной соляной или азотной кислотой. Объем отбираемой пробы должен составлять не менее 100 см3.

10.1.2 При определении растворенных металлов пробы воды фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм и подкисляют азотной кислотой до рН < 2. Срок хранения проб 1 месяц при температуре окружающей среды.

10.2 Подготовка проб и холостой пробы

10.2.1 В кварцевый или стеклянный термостойкий стакан вместимостью 150 или 250 см3 вносят цилиндром аликвоту 100 см3 пробы анализируемой вытяжки, подкисленной азотной кислотой из расчета 5 см3 кислоты на 1000 см3 пробы, добавляют 1 см3 концентрированной азотной кислоты и 1 см3 пероксида водорода и выпаривают до получения влажного осадка, не допуская высушивания пробы. Влажный осадок обрабатывают 0,5 см3 концентрированной азотной кислоты и небольшим количеством (от 15 до 20 см3) воды для анализа, растворяют его, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят до метки водой для анализа.

10.2.2 Если подготовленная проба содержит осадок или взвесь, видимую невооруженным глазом, то такую пробу в зависимости от дисперсности и размеров частиц образовавшегося в ней осадка (взвеси) фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 или 5,0 мкм или обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата (от 10 до 15 см3). Фильтрование может быть заменено центрифугированием.

10.2.3 Одновременно аналогичным образом подготавливают холостую пробу, заменяя пробу анализируемой вытяжки на такой же объем воды для анализа.

Примечание - при обработке проб азотной кислотой в открытых сосудах рекомендуется добавлять от 1 до 3 см3 пероксида водорода, что способствует более полному разрушению органических веществ, содержащихся в пробе.

**11 Подготовка к выполнению измерений**

11.1 Подготовка посуды

Всю используемую для отбора, хранения, транспортирования и анализа проб посуду промывают раствором азотной или соляной кислоты по 11.2.1, затем большим количеством водопроводной и (или) дистиллированной воды и ополаскивают водой для анализа. Не допускается обрабатывать посуду смесями, содержащими соединения хрома.

11.2 Приготовление растворов

11.2.1 Растворы азотной и соляной кислоты, разбавленной в объемном соотношении 1:1 (для подготовки посуды)

Один объем концентрированной азотной или соляной кислоты добавляют при перемешивании к одному объему дистиллированной воды.

Срок хранения раствора не ограничен.

11.2.2 Раствор азотной кислоты с объемной долей 0,5 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см3 помещают приблизительно 500 см3 воды для анализа, добавляют 5 см3 концентрированной азотной кислоты и разбавляют водой для анализа до метки.

Срок хранения раствора - 3 мес.

11.2.3 Приготовление растворов элементов

11.2.3.1 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 10 мг/дм3

Используя пипетку или дозатор, переносят 1 см3 стандартного образца состава водного раствора элемента в мерную колбу вместимостью 100 см3 и разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 11.2.2.

Срок хранения растворов, кроме раствора серебра - 2 месяца при температуре от 2 °С до 8 °С.

11.2.3.2 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 1 мг/дм3

Используя пипетку или дозатор, переносят 5 см3 раствора элемента массовой концентрации 10 мг/дм3 по 11.2.3.1 в мерную колбу вместимостью 50 см3 и разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 11.2.2.

Срок хранения растворов, кроме раствора серебра - 1 месяц при температуре от 2 °С до 8 °С.

Примечание - Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объема мерной колбы и аликвоты раствора элемента массовой концентрации 10 мг/дм3.

11.2.3.3 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 100 мкг/дм3

Используя пипетку или дозатор, переносят 5 см3 раствора элемента массовой концентрации 1 мг/дм3 по 11.2.3.2 в мерную колбу вместимостью 50 см3 и разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 11.2.2.

Срок хранения растворов, кроме раствора серебра - 7 суток при температуре от 2 °С до 8 °С.

Примечание - Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объема мерной колбы и аликвоты раствора элемента массовой концентрации 1 мг/дм3.

11.2.3.4 Приготовление градуировочных растворов элементов

Градуировочные растворы элементов готовят из растворов элементов по 11.2.3.1-11.2.3.3. Например, для приготовления серии градуировочных растворов массовой концентрации элемента 2; 4; 6; 8 и 10 мкг/дм3 отбирают пипеткой или дозатором 200; 400; 600; 800 и 1000 мм3 раствора данного элемента массовой концентрации 1 мг/дм3 (см. 11.2.3.2) и помещают в мерные колбы вместимостью 100 см3. Содержимое колб разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 11.2.2.

Растворы используют в день приготовления.

Допускается приготовление градуировочных растворов в автосемплере прибора.

11.2.3.5 Фоновый раствор для градуировки

Фоновым раствором для градуировки является раствор азотной кислоты по 11.2.2.

11.2.4 Приготовление модификаторов матрицы

11.2.4.1 Раствор смеси нитрата палладия и нитрата магния

Смешивают один объем раствора нитрата палладия массовой концентрации 10 г/дм3 (см. 3) с двумя объемами раствора нитрата магния, приготовленного растворением 0,259 г нитрата магния шестиводного в 100 см3 воды для анализа.

Массовая концентрация палладия в этом растворе составляет 1,5 г/дм3, массовая концентрация нитрата магния 1 г/дм3 (в пересчете на безводную соль).

Допускается использовать готовую смесь аналогичного состава, либо использовать при приготовлении раствора готовый матричный модификатор - раствор нитрата магния с массовой концентрацией магния 10 г/дм3. В последнем случае для приготовления 100 см3 приведенного выше раствора нитрата магния потребуется 2,4 см3 модификатора.

Срок хранения - 6 месяцевэ

11.2.4.2 Раствор нитрата магния массовой концентрации 5 г/дм3

Растворяют 0,865 г нитрата магния шестиводного в 100 см3 воды для анализа.

Срок хранения раствора - 3 месяца.

Примечание - Допускается использование готового модификатора матрицы - раствора нитрата магния с массовой концентрацией магния 10 г/дм3. Для приготовления 100 см3 раствора потребуется 8,1 см3 готового модификатора.

11.2.4.3 Раствор аммония фосфорнокислого однозамещенного массовой концентрации 20 г/дм3

Растворяют 2,0 г аммония фосфорнокислого однозамещенного в 100 см3 воды для анализа.

Срок хранения раствора - 1 месяц.

Примечание - Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объема воды для анализа и массы аммония фосфорнокислого однозамещенного.

11.2.4.4 Раствор смеси аммония фосфорнокислого однозамещенного и нитрата магния

Растворяют 2,0 г дигидрофосфата аммония (аммония фосфорнокислого однозамещенного NH4H2PO4) и 0,173 г нитрата магния шестиводного в 100 см3 воды для анализа. Массовая концентрация дигидрофосфата аммония в этом растворе составляет 20 г/дм3, массовая концентрация нитрата магния 1 г/дм3 (в пересчете на безводную соль).

Срок хранения раствора - 1 месяц.

Примечания:

1. Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объемов воды для анализа массы аммония фосфорнокислого однозамещенного и нитрата магния шестиводного.

2. Допускается использование готового модификатора матрицы - раствора нитрата магния с массовой концентрацией магния 10 г/дм3. Для приготовления 100 см3 раствора потребуется 1,6 см3 готового модификатора.

11.3 Подготовка прибора к работе

11.3.1 Подготовка прибора к работе согласно Руководству по эксплуатации. Устанавливают источники света и режимы измерений для определения конкретных элементов. Для каждого типа приборов оптимальные режимы измерений подбирают экспериментально в соответствии с Руководством по эксплуатации.

11.3.2 С целью устранения загрязнений графитовой кюветы определяемым элементом перед началом измерений градуировочных растворов, подготовленных проб и холостых проб проводят ее отжиг по программе для данного элемента, добиваясь при этом снижения значения выходного сигнала прибора. Отжиг также рекомендуется проводить при переходе от анализа проб с высоким содержанием определяемого элемента к более чистым пробам.

11.3.3 При проведении измерений над атомизатором должна быть расположена вытяжная вентиляция для удаления дыма и паров, которые могут быть вредными для здоровья.

11.4 Градуировка прибора

11.4.1 Для градуировки прибора используют фоновый раствор для градуировки (см. 11.2.3.5) и от трех до пяти градуировочных растворов (см. 11.2.3.4) в требуемом диапазоне массовой концентрации элемента. Рекомендуется проведение градуировки прибора в диапазонах, приведенных в таблице 2, однако во всех случаях следует руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора.

**Таблица 2 - Рекомендуемые диапазоны градуировочной характеристики**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Элемент** | **Длина волны, нм** | **Диапазон градуировочной характеристики, мг/дм3** |
| Свинец | 283,3 | От 0,002 до 0,05 включ. |
| Цинк | 213,9 | От 0,001 до 0,05 включ. |
| Хром | 357,9 | От 0,002 до 0,05 включ. |

Фоновый раствор для градуировки и каждый градуировочный раствор вводят в графитовую кювету не менее двух раз и измеряют значение интегральной абсорбции для каждого ввода аналогично подготовленным пробам (см. 12.2). Объем дозирования выбирают в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. Как правило, сначала вводят фоновый раствор для градуировки, а затем градуировочные растворы в порядке возрастания массовой концентрации элемента.

Для каждого раствора находят среднее арифметическое полученных значений интегральной абсорбции. Из полученных значений вычитают значение для фонового раствора для градуировки. При помощи программного обеспечения к прибору устанавливают градуировочную характеристику как зависимость среднего арифметического значения интегральной абсорбции (за вычетом значения для фонового раствора) от массовой концентрации элемента.

Проверяют приемлемость градуировочной характеристики, используя коэффициент корреляции (должен быть не менее 0,99), а также дополнительные критерии в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. Поскольку диапазон линейности градуировочной характеристики зависит от типа используемого прибора, то при неудовлетворительных результатах проверки приемлемости уточняют верхнюю границу диапазона и соответствующим образом изменяют весь диапазон.

Примечание - При наличии соответствующей опции в программном обеспечении к прибору допускается использование нелинейных функций для аппроксимации градуировочной характеристики.

11.4.2 При использовании приборов некоторых типов допускается ввод различных объемов одного и того же градуировочного раствора из диапазона, приведенного в таблице 2, например, соответствующего верхней границе диапазона. Массовую концентрацию градуировочного раствора и диапазон объемов дозирования выбирают в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

Всего должно быть выбрано не менее трех значений объема дозирования. В качестве фонового значения используют значение интегральной абсорбции, полученное без ввода градуировочного раствора. Каждый объем градуировочного раствора вводят в графитовую кювету не менее двух раз и измеряют значение интегральной абсорбции для каждого ввода.

Для фонового значения и каждого объема дозирования находят среднее арифметическое полученных значений интегральной абсорбции и из полученных значений для каждого объема дозирования вычитают среднее арифметическое значение для фона. При помощи программного обеспечения к прибору устанавливают градуировочную характеристику как зависимость среднеарифметического значения интегральной абсорбции (за вычетом фонового значения) от массы элемента. В этом случае в программном обеспечении должно быть предусмотрено выражение результатов измерений проб (см. 12.2) в единицах массовой концентрации.

11.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

11.5.1 Стабильность градуировочной характеристики контролируют не менее чем через каждые 20 анализируемых подряд проб воды. С этой целью измеряют массовую концентрацию элемента в контрольным растворе. Рекомендуется использовать контрольный раствор, в котором массовая концентрация элемента близка к значениям для анализируемых проб. Контрольный раствор готовят аналогично градуировочным растворам.

11.5.2 Измеряют интегральную абсорбцию элемента в контрольном растворе как при анализе проб (см. 10.2) и, используя градуировочную характеристику, вычисляют массовую концентрацию элемента в контрольном растворе, *Ск*, мкг/дм3.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется условие (1):

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  | (1) |

где *Ск* - принятое значение массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мкг/дм3;

*С* - измеренное значение массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мкг/дм3;

*δ* - границы относительной погрешности, для доверительной вероятности *P*=0,95 соответствующие значению массовой концентрации элемента в контрольном растворе (таблица 1) %.

В случае невыполнения условия (1) проводят повторную градуировку прибора.

**12 Выполнение измерений**

12.1 Подготавливают прибор к работе согласно 11.3.

12.2 При помощи дозатора не менее двух раз дозируют аликвоту пробы, подготовленной по 10.2, в графитовую кювету прибора и нагревают в соответствии с температурной программой, которая включает следующие стадии: сушку, пиролиз (озоление), атомизацию и очистку кюветы. По результатам каждого ввода регистрируют значение интегральной абсорбции, при этом полученные значения должны быть в пределах диапазона градуировочной характеристики прибора.

12.3 Если измеренное значение интегральной абсорбции превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то подготовленную вытяжку пробы разбавляют раствором азотной кислоты по 11.2.2 и сразу же проводят измерения согласно 12.2. Коэффициент разбавления вычисляют по формуле (2):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (2) |

где *VK* - вместимость мерной колбы, использованной при разбавлении подготовленной пробы, см3;

*Vа* - объем аликвоты анализируемой вытяжки пробы, взятый для разбавления, см3.

Вместо разбавления могут быть использованы альтернативные длины волн с меньшей чувствительностью, например 307,6 нм для цинка.

12.4 Измеряют значение интегральной абсорбции для холостой пробы (см. 10.2) аналогично 12.2.

12.5 Для устранения мешающих влияний матрицы пробы рекомендуется использовать модификаторы матрицы, которые позволяют повысить температуры пиролиза до значений, при которых происходит разрушение большинства мешающих веществ.

В таблице 3 приведен ряд рекомендуемых модификаторов. Допустимо использование и других модификаторов, если доказана их применимость для определения конкретного элемента или группы элементов.

**Таблица 3 - Рекомендуемые модификаторы матрицы**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Элемент** | **Модификатор**  **(см. 11.2.4.1-11.2.4.4)** | **Масса, мкг\*** |
| Свинец | Pd+Mg(NO3)2 или  NH4H2PO4+Mg(NO3)2 | 15+10 200+10 |
| Цинк | Pd+Mg(NO3)2 или  Mg(NO3)2 | 15+10 6 |
| Хром | Mg(NO3)2 | 50 |
| \* Приведенные массы модификаторов являются рекомендуемыми и соответствуют объему 10 мм3 модификатора. Следует руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора. | | |

Модификаторы матрицы вводят как при измерении подготовленных проб, так и при измерении градуировочных растворов и холостых проб. Для введения количества модификатора, рекомендованного в таблице 3, требуется 10 мм3 соответствующего раствора (см. 11.2.4.1-11.2.4.4). Раствор вводят дозатором или автосемплером непосредственно в графитовую кювету перед дозированием подготовленной пробы. Допускается добавлять модификатор непосредственно в подготовленную пробу, градуировочные растворы и холостую пробу и затем дозировать в графитовую кювету.

**13 Обработка и представление результата измерений**

13.1 Используя градуировочную характеристику, установленную по 11.4, при помощи программного обеспечения к прибору вычисляют значения массовой концентрации элемента в подготовленных пробах (исходных или разбавленных по 12.3) и холостых пробах (см. 10.2) для каждого ввода (см. 12.2).

13.2 Находят среднеарифметическое значений, полученных по 13.1 для всех вводов и принимают его за массовую концентрацию элемента в подготовленной пробе - исходной или разбавленной по 12.3 (*Спр*, мкг/дм3) или холостой пробе (*Схол*, мкг/дм3).

13.3 Массовую концентрацию элемента в анализируемой вытяжке пробы (*Х*, мг/дм3) вычисляют при помощи программного обеспечения к прибору или по формуле (3):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (3) |

где *С*пр - массовая концентрация элемента в подготовленной пробе по 11.2, мкг/дм3;

*Схол* - массовая концентрация элемента в холостой пробе по 11.2, мкг/дм3;

*f* - коэффициент разбавления пробы по 12.3;

*V1*- объем аликвоты анализируемой вытяжки пробы, см3;

*V2* - объем анализируемой вытяжки пробы, подготовленный по 10.2, см3;

0,001 - коэффициент согласования размерности единиц массы.

**14 Контроль качества результатов измерений**

14.1 Результаты измерений массовой концентрации элемента в анализируемой пробе *Х*, мг/дм3 (см. 13.3), представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (4) |

где *Х* - результат измерений, полученный в соответствии с процедурой по 11.4, мг/дм3;

*Δ* - границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации элемента для доверительной вероятности *P=*0,95, мг/дм3, вычисляемая по формуле (5):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (5) |
|  |  |  |

где *δ* - границы относительной погрешности измерений массовой концентрации элемента для доверительной вероятности *P*=0,95 по таблице 1, %;

*U* - расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2, мг/дм3, рассчитываемая по формуле (6):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (6) |

где *U*отн - расширенная неопределенность (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k=2 по таблице 1.

14.2 Если измеренное значение массовой концентрации элемента в пробе оказывается меньше, чем нижняя граница диапазона измерений, то результат измерений для такой пробы представляют как «меньше нижней границы диапазона измерений».

**Приложение А**

*(рекомендуемое)*

**Режимы проведения измерений**

При выборе режимов проведения измерений рекомендуется в первую очередь руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора, поскольку они могут существенно различаться для разных моделей и типов. Приведенные в таблице А.1 режимы следует рассматривать исключительно в качестве примера.

**Таблица А.1 - Основные параметры режимов измерений**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Элемент** | **Длина волны, нм** | **Ширина щели, нм1)** | **Температура пиролиза, °С** | | **Температура атомизации, °С** | | |
| Без модифи-  катора | С модифи-  катором2) | Без модифи-  катора | С модифи-  катором2) |
| Свинец | 283,3 | 0,7 | 600 | 1200/600 | 1500 | 2000/1900 |
| Цинк | 213,9 | 0,7 | 600 | 1000/600 | 1300 | 2000/2000 |
| Хром | 357,9 | 0,7 | 1050 | 1650 | 2300 | 2600 |
| 1) Для приборов с изменяемой спектральной шириной щели.  2) В числителе приведены значения для первого модификатора, в знаменателе - для второго (см. таблицу 1). | | | | | | | |

**Библиография**

[1] Кодекс Республики Казахстан «О здоровье народа и системе здравоохранения» от 7 июля 2020 года N360-IV ЗРК.

[2] Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 15 августа 2011 г. №769.

[3] ТУ 25-11.1592-81 Бидистиллятор стеклянный БС.

[4] ТУ 6-05-1903-87 Мембраны "Владипор" типа МФА-МА.

[5] ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные(белая, красная, синяя ленты).

[6] ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**МКС 55.040**

**Ключевые слова:** атомно-абсорбционный метод, электротермическая атомизация, элемент, определение, массовая концентрация, испытание \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**МКС 55.040**

**Ключевые слова:** атомно-абсорбционный метод, электротермическая атомизация, элемент, определение, массовая концентрация, испытание \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**РАЗРАБОТЧИК:** Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |