

ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**СБОРНИК**  
**МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ,**  
**НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ**  
**ПРИМЕНЕНИЯ ФЕДЕРАЛЬНОГО ЗАКОНА**  
**ОТ 12.06.08 №88-ФЗ**

**«Технический  
регламент  
на молоко  
и молочную  
продукцию»**

**Часть 2**

**МОСКВА 2009**

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей  
и благополучия человека**

**Сборник  
методических документов, необходимых  
для обеспечения применения  
Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ  
«Технический регламент на молоко  
и молочную продукцию»**

**Часть 2**

ББК 51.23

С23

С23 **Сборник методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закон от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».**— М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—71 с.

ISBN 5—7508—0771—1

В сборник включены методические документы, содержащие правила и методы исследований (испытаний) и измерений, а также правила отбора образцов для проведения исследований (испытаний) и измерений, в соответствии с постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации Г. Г. Онищенко от 08.12.2008 № 67

**ББК 51.23**

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 18.02.09

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз

Печ. л. 4,5  
Заказ 12

Федеральная служба по надзору  
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован  
отделом издательского обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### **Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в биоматериалах животного и растительного происхождения (пищевых продуктах, кормах и др.)**

**Методические указания  
МУК 4.1.1472—03**

1. Разработаны: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Минздрава России (Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, М. В. Егорова, В. Н. Волкова), Научно-производственной экологической фирмой «ЭкОН» (С. Ю.Гладков, Е. А. Гладкова, И. В. Шебелова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации – Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко 29 июня 2003 г.

4. Введены в действие 30 июня 2003 г.

5. Введены взамен МУК 4.1.005—4.1.008—94 «Определение содержания ртути в объектах окружающей среды и биологических материалах».

## УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра  
здравоохранения Российской Федерации  
Г. Г. Онищенко

29 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Атомно-абсорбционное определение массовой  
концентрации ртути в биоматериалах животного  
и растительного происхождения  
(пищевых продуктах, кормах и др.)**

**Методические указания  
МУК 4.1.1472—03**

Настоящие методические указания устанавливают атомно-абсорбционный метод определения массовых концентраций ртути в твердых биоматериалах животного и растительного происхождения (пищевых продуктах, кормах и др.) в диапазоне концентраций 0,001—10,0 мг/кг.

**1. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений (во всем диапазоне измерений) с погрешностью, не превышающей  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности 0,95.

**2. Метод измерений**

Определение основано на «мокрой» (кислотной) минерализации проб, восстановлении ионов ртути, содержащихся в растворе, до элементного состояния под действием химического восстановителя, переводе ртути в газовую фазу и последующем количественном определении методом беспламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.

Нижний предел измерения концентраций ртути в растворах минерализованных проб пищевых продуктов и биосред — 0,00005 мг/дм<sup>3</sup>.

Измерению мешают ионы йода при их содержании в растворе минерализованной пробы в концентрациях превышающих 10 мг/дм<sup>3</sup>, селена и свинца — при их содержании в растворе минерализованной пробы в концентрациях превышающих 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

Допустимые уровни ртути (СанПиН 2.3.2.1078—01):

- мясо (в т. ч. полуфабрикаты), продукты из мяса всех видов убойных животных, консервы, колбасные изделия, яичный белок, сыры, зерно продовольственное, крупа, мука — 0,03 мг/кг;

- субпродукты убойных животных (печень, почки, язык, мозги, сердце), консервы из субпродуктов, икра и молоки рыб и продукты из них – 0,2 мг/кг; печень рыб – 0,5 мг/кг;
- хлеб, булочные изделия – 0,015 мг/кг;
- консервы из мяса птицы, яичные продукты сухие, шоколад и изделия из него, чай – 0,1 мг/кг;
- яйца, творог и творожные изделия, семена зернобобовых, макаронные изделия, бараночные, сухарные изделия, кофе, овощи, картофель, бахчевых, фрукты, ягоды, консервы из них – 0,02 мг/кг;
- сахар, сахаристые кондитерские изделия – 0,01 мг/кг;
- рыба – 0,3—1,0 мг/кг;
- грибы, орехи, семена масличных культур – 0,05 мг/кг.

### 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

#### 3.1. Средства измерений

Универсальный ртутеметрический комплекс УКР-1 (варианты исполнения УКР-1МЦ или УКР-1М), сертификат об утверждении типа средства измерений R.U.C.31 010 № 7567 (НПЭФ «ЭжОН», г. Москва)

Весы лабораторные общего назначения

2-го класса точности с наибольшим

пределом взвешивания 200 г типа ВЛР-200

Колбы мерные 2-1 000-2, 2-500-2,

2-200-2, 2-100-2, 2-50-2

Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup>

Цилиндры мерные, вместимостью 50 см<sup>3</sup>

Государственный стандартный образец

состава раствора соли ртути (II), с

массовой концентрацией ртути 1,00 мг/см<sup>3</sup>

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### 3.2. Вспомогательные устройства, материалы

Аквадистиллятор типа ДЭ-4-2

Баня водяная лабораторная

Воронка делительная ВД-3-10ХС

Воронки химические В-75-110ХУ

Индикаторная бумага универсальная

Колбы конические Кн-5-100-29/32 ТС,

Кн-1-500-29/32 ТС, Кн-1-750-29/32 ТС,

вместимостью соответственно 100, 500 и 750 см<sup>3</sup>

ТУ 4317-001-41987679—00  
№ Госреестра 13455—00

ГОСТ 24104

ГОСТ 1770

ГОСТ 29227

ГОСТ 1770

ГСО 7343—96

ТУ 16-1-721—79

ТУ 64-1-2850—80

ГОСТ 25336

ГОСТ 25336

ГОСТ 25336

Колбы круглодонные КГУ-2-1-500-29/32 ТС, емкостью 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336
Плитка электрическая бытовая	ГОСТ 14919
Фильтры обеззоленные «синяя лента» или мембранные с размером пор 0,45 мкм	ТУ 6-09-1678—83
Холодильник водяной обратный ХШ-1-400-29/32	ГОСТ 25336
Шкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ – 2,5.2,5.2,6/2М-М01	ТУ 16-531-099—78
Штатив лабораторный	ТУ 64-1-707—76

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

### 3.3. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Гидроксиламин гидрохлорид, чда	ГОСТ 5456
Калий двухромово-кислый (бихромат)	ГОСТ 4220
Калий марганцово-кислый (перманганат), хч	ГОСТ 20478
Калий надсерно-кислый (персульфат), чда	ГОСТ 4146
Кислота азотная, осч	ГОСТ 11125
Кислота серная, осч	ГОСТ 14262
Натрия борогидрид, хч или импортный	ТУ 1-92-162—90
Натрия гидроксид (едкий натр), чда	ГОСТ 4328
Спирт этиловый ректификованный технический	ГОСТ 18300

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

## 4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений следует соблюдать требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007

4.2. Не допускается работа с аналитическим блоком при отсутствии холодного водоснабжения.

4.3. Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией

4.4. Работа с кислотами должна проводиться в резиновых перчатках, защитных очках и полиэтиленовом или резиновом фартуке.

4.5. При приготовлении разбавленных растворов кислот, необходимо строго соблюдать правила добавления кислоты в воду.

4.6. Сливы (отработанные растворы) кислот и оснований категорически запрещается сливать в водоотводящую систему (раковины, канализацию и т. п.). Сливы помещают в отдельные стеклянные бутылки или пластмассовые канистры, которые хранятся в соответствии с требованиями к хранению легковоспламеняющихся жидкостей и кислот. Емкости со сливами утилизируют в соответствии с установленным порядком.



4.7. Ввиду высокой токсичности ртути и ее соединений, использованные ртутьсодержащие растворы следует обезвреживать. С этой целью растворы сливают в специальный сосуд вместимостью три литра, содержащий 250 см<sup>3</sup> подкисленного 5 %-ного раствора перманганата калия. В сосуд после его наполнения добавляют 10 %-ный раствор серноватистокислового натрия в 20 %-ном растворе гидроксида натрия до исчезновения малиновой окраски и прекращения выпадения осадка. Осадок отделяют декантацией и собирают в стеклянную банку, которую после заполнения подвергают захоронению в специально отведенных местах для токсических отходов или сдают на специализированные предприятия по переработке ртутьсодержащих отходов.

### 5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

### 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия.

- температура окружающего воздуха ( $20 \pm 5$ ) °С;
- атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.);
- относительная влажность воздуха ниже 85 % при 25 °С;
- напряжение в сети питания переменного тока ( $220 \pm 22$ ) В;
- концентрации мешающих определению и агрессивных компонентов в воздухе не должны превышать ПДК для воздуха рабочей зоны.

### 7. Подготовка к проведению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: отбор и подготовка проб к анализу, подготовка лабораторной посуды, приготовление растворов, подготовка универсального ртуте метрического комплекса к работе, его градуировка.

#### 7.1. Отбор проб

Процедура включает в себя отбор пробы, упаковку, хранение и усреднение пробы перед дальнейшей ее обработкой. Отбор и подготовку проб к испытаниям проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на продукт или пищевое сырье. Отобранные пробы упаковывают в полиэтиленовые или стеклянные банки или тройные полиэтиленовые пакеты. Длительное хранение упакованных проб осуществляется при температуре 5 °С.

#### 7.2. Подготовка лабораторной посуды

Новую или сильно загрязненную лабораторную посуду после обычной мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной водой. Непосредственно перед использованием посуду обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1 : 1) или хромовой смесью, ополаскивают 3—4 раза дистиллированной водой и сушат.

### 7.3. Подготовка проб к анализу

Подготовка пробы для анализа на содержание ртути заключается в проведении «мокрой» (кислотной) минерализации навески анализируемого материала способом, обеспечивающим полное растворение пробы, получение прозрачного бесцветного раствора, отсутствие потерь ртути (например, по ГОСТ 26927—86. Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути). Параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты (холостая проба). В каждой серии измерений параллельно с рабочими ставится одна холостая проба.

Для творога, сливочного масла, сыров, маргарина, жировых продуктов минерализацию проводят «закрытым» способом в аппарате, состоящем из двугорлой круглодонной колбы, холодильника и капельной воронки.

Навеску массой 40 г помещают в колбу, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора надсерно-кислого натрия (1,25 г/дм<sup>3</sup>), затем вводят порциями азотную кислоту. Для творога, сыров и сливочного масла используют концентрированную азотную кислоту в количестве 15 см<sup>3</sup>. Для растительных масел, маргарина и жировых продуктов применяют азотную кислоту разбавленную (1 : 2) в количестве 40 см<sup>3</sup>. Смесь нагревают на водяной бане и охлаждают до комнатной температуры. Вводят в колбу через капельную воронку 15—20 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, выдерживают при комнатной температуре, а затем нагревают сначала при 70 °С, постепенно доводя до кипения, и выдерживают до полного просветления придонного слоя. По окончании процесса колбу охлаждают до комнатной температуры и приливают 50 см<sup>3</sup> горячей воды через холодильник. Содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Для мясных, молочных продуктов, овощей, плодов, кондитерских изделий, зерна минерализацию проводят «открытым» способом. Процесс проводят в термостойкой конической колбе вместимостью 750 см<sup>3</sup>. Пробу (10—50 г) распределяют по дну колбы и добавляют 1 см<sup>3</sup> этилового спирта, 15 см<sup>3</sup> воды, 0,5—30 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. Колбу закрывают воронкой, содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 20—30 мин. Далее вводят через воронку порциями 7—20 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. По окончании введения серной кислоты колбу оставляют в вытяжном шкафу до окончания выделения окислов азота. Затем колбу помещают на водяную баню и осторожно нагревают до полного просветления слоя жидкости. Колбу снимают с бани, горячий раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Реакционную колбу и фильтр промывают кипящей дистиллированной водой. Промывные воды соединяют с основной массой. После охлаждения объем содержимого мерной колбы доводят до метки дистиллированной водой.

Минерализацию рыбы и морепродуктов проводят «закрытым» способом (без капельной воронки). В колбу помещают 0,2—3 г образца и 15—20 см<sup>3</sup> смеси концентрированных азотной и серной кислот (1 : 1). Колбу помещают на водяную баню и нагревают при 70 °С в течение 15 мин, затем в течение 5 мин на кипящей бане. Через обратный холо-

дильник вводят 30 см<sup>3</sup> воды и оставляют на кипящей бане в течение 60 мин. После охлаждения до комнатной температуры к минерализату добавляют 15—20 см<sup>3</sup> 5 %-ного раствора перманганата калия и оставляют пробу на 5—10 мин, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> 15 %-ного раствора гидроксиламина соляно-кислого. Раствор должен стать совершенно прозрачным.

#### 7.4. Приготовление растворов

##### 7.4.1. Приготовление раствора азотной кислоты (раствора разбавления)

Мерным цилиндром вместимостью 50 см<sup>3</sup> отмеривают 50 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. В мерную колбу вместимостью 1 000 см<sup>3</sup> помещают примерно 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и осторожно переливают из цилиндра азотную кислоту в воду. Перемешивают содержимое и дополняют объем раствора дистиллированной водой до 1 000 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают. Полученный раствор используют для приготовления градуировочных растворов. Срок хранения не ограничен.

##### 7.4.2. Приготовление раствора восстановительного реагента

Для приготовления восстановительного реагента берут навеску гидроксида натрия массой 1,0 г, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Заполняют колбу на  $\frac{2}{3}$  объема дистиллированной водой и растворяют навеску. В полученный раствор гидроксида натрия помещают таблетку борогидрида натрия массой 1,00 г, растворяют ее и дополняют объем раствора дистиллированной водой до 200 см<sup>3</sup>. Полученный раствор содержит 0,5 % гидроксида натрия и 0,5 % борогидрида натрия. Раствор переливают в склянку с притертой крышкой и хранят в холодильнике до использования. Срок хранения раствора — 1 месяц.

##### 7.4.3. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы с массовой концентрацией 0,001, 0,005 и 0,01 мг/дм<sup>3</sup> готовят из ГСО ртути с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup> по методике, приведенной в руководстве по эксплуатации универсального ртутеметрического комплекса. В тех случаях, когда содержание ртути в минерализатах образцов анализируемых материалов ниже 0,001 мг/дм<sup>3</sup>, готовят дополнительно градуировочные растворы с массовой концентрацией ртути 0,0001 и 0,0005 мг/дм<sup>3</sup> десятикратным разбавлением растворов с концентрациями 0,001 и 0,005 мг/дм<sup>3</sup> соответственно.

#### 7.5. Подготовка универсального ртутеметрического комплекса к работе

7.5.1. Универсальный ртутеметрический комплекс УКР-1 готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации

##### 7.5.2. Выполнение градуировки

7.5.2.1. Градуировку прибора выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации УКР-1 перед введением комплекса в эксплуатацию или после перерыва в работе более 1 месяца. При проведении градуировки следует учитывать величину «фона» раствора разбавления.

7.5.2.2. Градуировку прибора выполняют путем анализа градуировочных растворов не менее чем в трехкратной повторности. Для градуировки используют растворы (не менее трех), которые охватывают ожидаемый диа-

пазон концентраций анализируемых растворов. Измерения проводят от низких концентраций к высоким. В процессе выполнения градуировки проводят оперативный контроль сходимости результатов в соответствии с п. 11.2.

7.5.2.3. Коэффициент градуировочной характеристики ( $K_0$ ) представляют в виде:

$$K_0 = \frac{\sum_i [(N_{i,cp} - N_{0,cp}) \cdot M_i]}{\sum_i (N_{i,cp} - N_{0,cp})^2}, \text{ где}$$

$M_i$  – масса ртути в 1 см<sup>3</sup>  $i$ -ого градуировочного раствора, нг;

$N_{i,cp}$  – среднее арифметическое значение результатов 3-кратного измерения массы ртути в  $i$ -ом градуировочном растворе, нг;

$N_{0,cp}$  – среднее арифметическое значение результатов 3-кратного измерения массы ртути в растворе разбавления, нг

## 8. Выполнение измерений

8.1. Для выполнения измерений снимают реакционную ячейку и вводят в нее 2 см<sup>3</sup> раствора восстановителя. Отбирают пипеткой нужный объем (1—10 см<sup>3</sup>) пробы (холостой пробы, градуировочного раствора или рабочей пробы), нажимают кнопку «ПУСК» анализатора. После появления звукового сигнала (через 30 с после нажатия кнопки) вводят анализируемую пробу в реактор через воронку барботера. По окончании измерения снимают показания ( $N$ , нг) с цифрового табло анализатора. Если измерения проводятся с использованием персонального компьютера (программа «УКР-аналитика») результаты измерений автоматически заносятся в память компьютера.

Время, предназначенное для ввода пробы, ограничено интервалом в 24 с. По окончании этого интервала звуковой сигнал прекращается. Если проба введена после окончания звукового сигнала, то полученный результат не учитывают при расчете концентрации, а цикл измерения повторяют.

Рекомендуемый диапазон показаний составляет 1,00—20,00 нг. Если показания находятся вне рекомендуемого диапазона, то объем пробы соответственно увеличивают или уменьшают (или разбавляют ее)

8.2. После проведения измерения снимают реакционную ячейку и сливают раствор из ячейки в сосуд для отработанных проб. Промывают ячейку водопроводной и споласкивают дистиллированной водой

8.3. Повторяют измерение концентрации ртути в пробе

## 9. Обработка результатов измерений

9.1. Результат измерений ( $N_{cp}$ ) рассчитывают как среднее арифметическое параллельных измерений (не менее двух) по формуле:

$$N_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n N_i}{n}, \text{ где}$$

$N_i$  – единичное измерение (показания прибора), нг;

$n$  – число параллельных измерений.

9.2. Концентрацию ртути в анализируемой пробе  $C$  (мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{K_o \cdot (N_{cp} - N_{хол}) \cdot V_k}{m \cdot V_a} \cdot 10^{-3}, \text{ где}$$

$K_o$  – коэффициент градуировочной характеристики;

$N_{cp}$  – результат измерений (масса ртути в анализируемом объеме), нг;

$N_{хол}$  – результат измерений для холостых проб, нг;

$V_k$  – объем колбы, использованной для разбавления пробы после минерализации, см<sup>3</sup>;

$V$  – объем пробы, взятой для анализа, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса пробы, отобранной для минерализации, г.

## 10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений представляют в виде:

$(C \pm 0,2 C)$ , мг/кг или  $C$  мг/кг  $\pm 20$  %, где

$C$  – массовая концентрация ртути в пробе, мг/кг;

Результаты измерений заносят в журнал. Рекомендуемая форма приведена в прилож. 1.

Результаты измерений оформляются в виде протокола.

## 11. Внутренний оперативный контроль

### 11.1. Нормативы контроля

Внутренний оперативный контроль показателей качества результатов количественного химического анализа (сходимости и точности) проводят в процессе текущих измерений с целью установления соответствия характеристик погрешности результатов измерений характеристикам погрешности МВИ (табл. 1).

Таблица 1

Норматив оперативного контроля при $P = 0,95$	
сходимость $d$ , мг/кг	точность $K$ , нг
$0,25 C_{cp}$	$0,19 \sqrt{N_{cp}^2 + N_D^2}$
$C_{cp}$ – измеренное значение массовой концентрации, мг/кг, $N_{cp}$ – масса ртути в анализируемом объеме пробы, нг, $N_D$ – масса ртути в пробе с добавкой, нг	

### 11.2. Оперативный контроль сходимости

11.2.1 Оперативный контроль сходимости результатов измерений массовой концентрации ртути проводят при получении каждого результата измерения, предусматривающего проведение параллельных определений в градуировочных растворах или в рабочих пробах.

11.2.2. Оперативный контроль сходимости проводят методом сравнения расхождения максимального и минимального результатов парал-

тельных определений при измерении массовой концентрации ртути в пробах с нормативом оперативного контроля сходимости (табл. 1).

11.2.3. Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если

$$d_k = |C_1 - C_2| \leq d, \text{ где}$$

$C_1$  и  $C_2$  – значения максимального и минимального результатов измерений;

$d$  – норматив оперативного контроля сходимости (табл. 1).

### 11.3. Оперативный контроль погрешности МВИ (показателя точности)

11.3.1. Для проведения оперативного контроля погрешности МВИ отбирают две одинаковые (дубликаты) пробы, помещают их в разные колбы и готовят к анализу по 7.3.

11.3.2. Выполняют измерение массовой концентрации ртути в одной из колб и получают результат  $N_{1,сп}$

11.3.3. В другую колбу вносят добавку  $0,1—1,0 \text{ см}^3$  одного из градуировочных растворов, выполняют измерения и получают результат  $N_{2,сп}$ . Величина добавки должна составлять от 50 % до 150 %  $N_{1,сп}$

11.3.4. При отсутствии ртути в исходном минерализате добавка должна составлять  $0,5 \text{ см}^3$  градуировочного раствора с массовой концентрацией  $0,001 \text{ мг/дм}^3$

11.3.5. Анализ проб без добавки и с добавкой выполняют в одно время и в одинаковых условиях.

11.3.6. Результат контроля  $K_k$  признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$K_k = |N_{2,сп} - N_{1,сп} - N_d| \leq K, \text{ где}$$

$K$  – норматив оперативного контроля погрешности МВИ (табл. 1).

11.3.7. Оперативный контроль погрешности МВИ проводят в каждой серии проб, но не реже чем через 20 проб

11.3.8. Результаты измерений, оперативного контроля показателей сходимости и точности заносят в рабочий журнал (прилож. 1).

#### Приложение 1

#### Рекомендуемая форма заполнения рабочего журнала регистрации результатов измерения массовой концентрации ртути в пробах

Дата	Наименование, условное обозначение, шифр пробы	Масса ртути в пробе, нг		Массовая концентрация ртути в пробе, мг/кг	Результат оперативного контроля			
		первое измер	второе измер		$d$	$d_k$	$K$	$K_k$
1	2	3	4	5	6	7	8	9

## Содержание

Организация контроля и методы выявления бактерий <i>Listeria monocytogenes</i> в пищевых продуктах: МУК 4.1.1122—02 .....	3
Методика выполнения измерений массовой доли меди и цинка в пищевых продуктах и продовольственном сырье методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии: МУК 4.1.991—00 .....	31
Атомно-абсорбционное определение массовой концентрации ртути в биоматериалах животного и растительного происхождения (пищевых продуктах, кормах и др.): МУК 4.1.1472—03 .....	61