

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
52417—  
2005

---

## МЯСО ПТИЦЫ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБВАЛКИ

**Методы определения массовой доли  
костных включений и кальция**

Издание официальное

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения».

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт птицеперерабатывающей промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 116 «Продукты переработки птицы, яиц и сублимационной сушки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2005 г. № 336-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет*

© Стандартинформ, 2006

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

---

УДК 637.544:006.354

ОКС 67.120.20

Н09

Ключевые слова: метод, костные включения, кальций, гравитационный метод, метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии, мясо птицы механической обвалки

---

Редактор В.Н. Копысов  
Технический редактор В.Н. Прусакова  
Корректор Е.Д. Дульнева  
Компьютерная верстка В.И. Грищенко

Сдано в набор 11.01.2006. Подписано в печать 25.01.2006. Формат 60x84<sup>1/8</sup>. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 330 экз. Зак. 44 С 2372.

---

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

**МЯСО ПТИЦЫ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБВАЛКИ****Методы определения массовой доли костных включений и кальция**

Mechanically separated poultry meat.

Methods for determination of bone residues and calcium mass fraction

Дата введения—2007—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на мясо птицы механической обвалки и устанавливает методы определения в нем массовой доли костных включений гравиметрическим методом и массовой доли кальция методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 51447—99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

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—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.054—81 Система стандартов безопасности труда. Установки ацетиленовые. Требования безопасности

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4140—74 Стронций хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для калориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов

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

**П р и м е ч а н и е** — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при использовании 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 Диапазоны измерений и метрологические характеристики методов

#### 3.1 Диапазоны измерений

Диапазон измерения массовой доли костных включений гравиметрическим методом от 0,1 % до 1,5 %.

Диапазон измерения массовой доли кальция методом атомно-абсорбционной спектроскопии от 0,05 % до 0,5 %.

#### 3.2 Метрологические характеристики методов

Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности 0,95 — по таблице 1.

Таблица 1

Измеряемый показатель	Диапазон измерений массовой доли, %	Границы относительной погрешности $\pm \delta$ , %	Предел повторяемости, $r_{\text{пов}}$ , %	Предел воспроизводимости, $R_{\text{в.п.}}$ , %
Массовая доля костных включений, %	От 0,1 до 0,2 включ.	61	22	86
	Св. 0,2 до 0,3 включ.	40	15	56
	Св. 0,3 до 0,6 включ.	30	11	42
	Св. 0,6 до 1,5 включ.	21	7	28
Массовая доля кальция, %	Метод сухой минерализации пробы			
	От 0,05 до 0,1 включ.	35	25	50
	Св. 0,1 до 0,2 включ.	31	17	43
	Св. 0,2 до 0,5 включ.	28	12	40
	Метод кислотной минерализации пробы			
	От 0,05 до 0,1 включ.	49	30	69
	Св. 0,1 до 0,2 включ.	36	20	51
	Св. 0,2 до 0,3 включ.	29	14	42

### 4 Отбор проб

#### 4.1 Отбор проб — по ГОСТ Р 51447.

4.2 Представительная пробы должна быть массой не менее 500 г, без повреждений и изменений свойств при транспортировании. Допускается хранение пробы при температуре не выше минус 12 °С не более 30 сут.

### 5 Гравиметрический метод определения массовой доли костных включений

#### 5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в растворении мышечной, соединительной и жировой ткани с помощью обработки мяса птицы механической обвалки раствором щелочи и отделении костных частиц фильтрованием с последующим их высушиванием и измерением массы.

## 5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более  $\pm 0,001$  г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры  $(103 \pm 2)$  °С.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-250 ТСХ по ГОСТ 25336.

Бюксы металлические с крышками диаметром 50 и высотой 35—40 мм или стаканчики для взвешивания типа СН по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные диаметром 100 или 150 мм по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-100 по ГОСТ 1770.

Чашка выпарительная фарфоровая 3 по ГОСТ 9147.

Ступка фарфоровая 3 по ГОСТ 9147.

Ареометр стеклянный по ГОСТ 18481.

Палочка стеклянная.

Фильтры диаметром 12—15 см из обеззоленной быстрофильтрующей фильтровальной бумаги [1].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в 5.2.

## 5.3 Подготовка к проведению измерений

### 5.3.1 Заправка эксикатора

На дно чистого и просушенного эксикатора помещают прокаленный хлористый кальций или концентрированную серную кислоту. Хлористый кальций прокаливают не реже одного раза в месяц. Прокаливание проводят нагреванием в фарфоровой чашке на электроплитке до получения сухого вещества, которое измельчают пестиком на куски и помещают в эксикатор или стеклянную посуду с притертой пробкой.

Плотность концентрированной серной кислоты проверяют ареометром. Если плотность серной кислоты менее 1,84 г/см<sup>3</sup>, то ее заменяют.

### 5.3.2 Подготовка фильтров и бюксов

Фильтры и чистые бюксы с крышками высушивают в сушильном шкафу при температуре  $(103 \pm 2)$  °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе. Перед проведением испытаний фильтры и бюксы с крышками хранят в эксикаторе.

### 5.3.3 Приготовление раствора гидроокиси калия массовой долей 2 %

Навеску гидроокиси калия массой  $(20,0 \pm 0,1)$  г растворяют в 980 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, охлаждают и хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения раствора гидроокиси калия при комнатной температуре не более 60 сут.

### 5.3.4 Подготовка пробы к испытанию

5.3.4.1 Пробу размораживают при температуре от 4 °С до 8 °С, тщательно перемешивают, закрывают крышкой и хранят при температуре не выше 4 °С до окончания испытания.

5.3.4.2 В стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> взвешивают навеску пробы (6.3.1) массой  $(50,0 \pm 0,5)$  г, добавляют с помощью мерного цилиндра 100 см<sup>3</sup> водного 2 %-ного раствора гидроокиси калия и тщательно перемешивают.

5.3.4.3 Стакан помещают в кипящую водяную баню и нагревают при периодическом перемешивании в течение примерно от 1 до 1,5 ч до исчезновения в растворе кусочков тканей и образования на поверхности раствора слоя нерастворившейся соединительной ткани.

5.3.4.4 Стакан вынимают из водяной бани и оставляют для отстаивания примерно на 10 мин. Затем верхнюю часть раствора с плавающими в нем кусочками нерастворившейся соединительной ткани осторожно декантируют и отбрасывают. К остатку добавляют чистый 2 %-ный раствор гидроокиси калия так, чтобы уровень раствора в стакане совпадал примерно с уровнем раствора до декантации, и снова

нагревают на кипящей водяной бане. Добавление раствора гидроокиси калия, нагрев, отстаивание и декантацию повторяют до полного растворения мышечной и жировой тканей и удаления соединительной ткани (окончательный раствор должен быть прозрачным или слегка мутным и не содержать видимых нерастворившихся частиц). Костный остаток, выделенный из пробы мяса, накапливается на дне стакана.

5.3.4.5 Раствор гидроокиси калия осторожно сливают, не допуская попадания костных частиц на стенки стакана, и костный остаток промывают в стакане дистиллированной водой 3—4 порциями по 10—15 см<sup>3</sup>.

5.3.4.6 Костный остаток с помощью дистиллированной воды количественно переносят из стакана на фильтр, предварительно взвешенный вместе с бюксом и крышкой с записью результата до 0,0001 г, и отфильтровывают. После фильтрования осматривают на фильтре костные частицы — по внешнему виду они должны быть однородного белого цвета. Частицы и волокна нерастворившихся тканей осторожно удаляют с фильтра.

#### 5.4 Проведение измерений

5.4.1 Фильтр с костным остатком помещают в бюкс. Затем открытый бюкс с фильтром и костным остатком и крышку помещают в предварительно нагретый до температуры (103 ± 2) °С сушильный шкаф. По истечении 1 ч бюкс вынимают из сушильного шкафа, быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с записью результата до 0,0001 г. Открытый бюкс и крышку вторично помещают в сушильный шкаф, выдерживают в течение 30 мин, охлаждают и взвешивают с записью результата до 0,0001 г. Если уменьшение массы после первого и второго высушивания не превышает 0,0005 г, то высушивание заканчивают. Если уменьшение массы превышает 0,0005 г, то бюкс снова помещают в сушильный шкаф. Высушивание по 30 мин продолжают до тех пор, пока разница массы между двумя последующими взвешиваниями не будет менее 0,0005 г.

#### 5.5 Обработка результатов

Массовую долю костных включений  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = 100 \frac{m_1 - m_2}{m},$$

где  $m_1$  — масса бюкса с фильтром и костными включениями, г;

$m_2$  — масса бюкса с фильтром, г;

$m$  — масса пробы мяса птицы механической обвалки, взятой для испытания, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов, полученных для двух параллельных проб, если выполняется условие приемлемости

$$100 \cdot \frac{2|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq r_{\text{отн}},$$

где  $X_1$  и  $X_2$  — результаты измерений массовой доли костных включений двух параллельных проб;

$r_{\text{отн}}$  — предел повторяемости, приведенный в таблице 1.

Вычисления выполняют с точностью до трех значащих цифр с последующим округлением до двух значащих цифр.

### 6 Метод определения массовой доли кальция с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

#### 6.1 Сущность метода

Метод основан на разложении органических веществ способом сухой (термической) минерализации пробы в электропечи или способом неполной кислотной минерализации путем кипячения пробы в растворе соляной кислоты, растворении минерализата в водном растворе соляной кислоты, добавлении соли лантана или стронция для коррекции фона и определении содержания кальция в полученном растворе минерализата методом пламенной (пламя воздух — ацетилен) атомно-абсорбционной спектрометрии.

#### 6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

Атомно-абсорбционный спектрометр с рабочей областью спектра, включающей длину волн 422,7 нм, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени и спектральной лампой для определения кальция.

Электроплитка лабораторная по ГОСТ 14919 мощностью не менее 1000 Вт.

Баня водяная.

Электромясорубка куттерного типа по ГОСТ 20469.

Дозатор пипеточный переменного объема дозирования 0,200—1,000 см<sup>3</sup> с относительной погрешностью дозирования ± 1 % по [3].

Колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-го класса точности вместимостью от 1 до 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227.

Колбы 2—50(100, 1000) по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-1000 по ГОСТ 1770.

Воронки В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кальция с относительной погрешностью не более 1 % ( $P = 0,95$ ) — ГСО 5221, ГСО 7475, ГСО 7682, ГСО 7772, ГСО 8065, ГСО 8066, ГСО 8067.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., концентрированная и водные растворы (1 + 1), 250 и 25 г/дм<sup>3</sup>.

Лантан хлористый 7-водный, х.ч. по [2].

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Стронций хлористый 6-водный по ГОСТ 4140, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные [1].

Стеклянные шарики.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в 6.2.

### 6.3 Подготовка к проведению измерений

#### 6.3.1 Подготовка пробы к проведению испытаний

Представительную пробу массой не менее 500 г (4.2) размораживают при температуре от 4 °С до 8 °С. Размороженную пробу измельчают на электромясорубке куттерного типа до однородной массы, помещают в чистую сухую емкость, тщательно перемешивают, плотно закрывают и хранят в холодильнике при температуре не выше 4 °С до окончания испытания.

#### 6.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 250 г/дм<sup>3</sup>

В мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> смешивают 674 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты с дистиллированной водой и доводят после охлаждения раствора объем до метки.

#### 6.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм<sup>3</sup>

Раствор готовят разбавлением раствора соляной кислоты 250 г/дм<sup>3</sup> (6.3.2) в 10 раз дистиллированной водой.

#### 6.3.4 Приготовление исходного стандартного раствора кальция с массовой концентрацией элемента 1 мг/см<sup>3</sup>

Раствор готовят по ГОСТ 4212 или используют государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кальция с относительной погрешностью не более 1 % ( $P = 0,95$ ).

6.3.5 Для приготовления исходного раствора лантана с массовой концентрацией элемента 100 г/дм<sup>3</sup> навеску 267,4 г лантанта хлористого 7-водного растворяют в стакане в небольшом количестве раствора соляной кислоты 25 г/дм<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки тем же растворителем.

6.3.6 Для приготовления исходного раствора стронция с массовой концентрацией элемента 100 г/дм<sup>3</sup> навеску 304,3 г стронция хлористого 6-водного растворяют в стакане в небольшом количестве раствора соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки тем же растворителем.

#### 6.3.7 Приготовление градуировочных растворов

Для построения градуировочного графика используют растворы с массовой концентрацией кальция 0, 2, 5, 10, 15 и 20 мг/дм<sup>3</sup>, которые готовят из промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией кальция 100 мг/дм<sup>3</sup>, приготовленного из исходного стандартного раствора разбавлением его в 10 раз. Допускается приготовление градуировочных растворов непосредственно из исходного стан-

дартного раствора с использованием пипеточных дозаторов. Массовая доля корректора фона в градуировочных растворах должна составлять 1 % для лантана или 2 % для стронция. Разбавления проводят раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм<sup>3</sup>.

**Пример** — В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0; 1; 2,5; 5; 7,5; 10 см<sup>3</sup> промежуточного стандартного раствора кальция. В каждую колбу добавляют 5 см<sup>3</sup> исходного раствора лантана или 10 см<sup>3</sup> исходного раствора стронция. Доводят объем до метки и перемешивают. Массовая концентрация кальция в градуировочных растворах составляет 0; 2; 5; 10; 15 и 20 мг/дм<sup>3</sup>.

### 6.3.8 Минерализация пробы

Минерализацию подготовленной к испытаниям пробы (6.3.1) проводят одним из следующих методов:

- минерализация сухим способом — по ГОСТ 26929, пункт 3.4 (вместо азотной кислоты допускается использовать соляную кислоту). Рекомендуемая масса навески 10 г;
- кислотная минерализация.

Навеску 10 г образца помещают в коническую колбу, добавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении (1 : 1), несколько стеклянных шариков, закрывают стеклянной воронкой и помещают на плитку под вытяжку. Медленно доводят до кипения, кипятят 20 мин и охлаждают до комнатной температуры.

### 6.3.9 Приготовление испытуемого раствора пробы

6.3.9.1 В случае сухой минерализации пробы в тигель с золой, приготовленной по 6.8, вносят 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты массовой концентрации 250 г/дм<sup>3</sup> и растворяют золу при слабом нагревании на электроплитке или водянной бане. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, тигель промывают несколько раз дистиллированной водой, доводя этой промывной водой объем раствора в колбе до метки, и перемешивают (исходный испытуемый раствор).

6.3.9.2 В случае кислотной минерализации минерализат, полученный по 6.3.9.1, фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают небольшими порциями дистиллированной воды, пока не соберут 90—95 см<sup>3</sup> фильтрата. Доводят дистиллированной водой объем раствора в колбе до метки и перемешивают (исходный испытуемый раствор).

6.3.9.3 Исходя из предполагаемого содержания кальция в образце и области рабочих концентраций, определяют необходимую степень разведения пробы. Для исходного раствора пробы мяса птицы механической обвалки массовая концентрация кальция обычно находится в диапазоне 40—400 мг/дм<sup>3</sup>. В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 2,5 см<sup>3</sup> исходного раствора пробы, 5 см<sup>3</sup> исходного раствора лантана или 10 см<sup>3</sup> исходного раствора стронция, доводят объем до метки раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм<sup>3</sup> и перемешивают (рабочий испытуемый раствор). При использовании другой мерной посуды аликовотные объемы исходных растворов пробы и корректора фона пропорционально изменяют.

### 6.4 Проведение измерений

6.4.1 Градуировочные растворы (6.3.7) и рабочие испытуемые растворы (6.3.9.3) анализируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра. Измеряют аналитический сигнал на длине волны 422,7 нм. Определение кальция рекомендуется проводить в верхней части окислительного пламени при широкой щели монохроматора.

### 6.4.2 Построение градуировочного графика

Измерения градуировочных растворов с массовой концентрацией кальция 0, 2, 5, 10, 15 и 20 мг/дм<sup>3</sup> проводят по два раза в порядке увеличения концентрации и находят для каждого раствора средние значения полученных результатов.

Градуировочный график строят по методу наименьших квадратов.

Построение градуировочного графика проводят перед началом измерений, а также в процессе работы после замены реактивов или спектральной лампы. Через 10 измерений рабочих испытуемых растворов проводят контроль стабильности градуировочного графика с использованием градуировочных растворов с массовой концентрацией кальция 0 и 20 мг/дм<sup>3</sup>.

### 6.4.3 Измерение испытуемых растворов

Для каждого рабочего испытуемого раствора проводят два измерения, по результатам которых с помощью градуировочного графика находят средние значения массовой концентрации кальция в этих растворах. Если среднее значение превышает 20 мг/дм<sup>3</sup>, то проводят дополнительное разбавление соответствующего рабочего испытуемого раствора раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 мг/дм<sup>3</sup>.

## 6.5 Обработка результатов

6.5.1 Массовую долю кальция  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V_1 \cdot X_3}{m \cdot V_2 \cdot 10^4} \cdot K,$$

где  $C$  — массовая концентрация кальция в рабочем испытуемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем исходного испытуемого раствора, приготовленного по 6.3.9.1 или 6.3.9.2, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — аликовотный объем исходного испытуемого раствора, взятый для приготовления рабочего испытуемого раствора по 6.3.9.3, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — общий объем рабочего испытуемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, взятой на минерализацию, г;

$K$  — коэффициент дополнительного разбавления рабочего испытуемого раствора (6.4.3).

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов, полученных для двух параллельных проб, если выполняется условие приемлемости

$$100 \cdot \frac{2|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq r_{\text{отн}},$$

где  $X_1$  и  $X_2$  — результаты измерений массовой доли кальция двух параллельных проб;

$r_{\text{отн}}$  — предел повторяемости, приведенный в таблице 1.

Вычисления выполняют с точностью до трех значащих цифр с последующим округлением до двух значащих цифр.

## 7 Требования безопасности

7.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

7.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

7.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

7.4 При работе с ацетиленом необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.2.054 и ГОСТ 12.1.004.

### Библиография

- [1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры бумажные обеззоленные
- [2] ТУ 6-09-4773—79 Лантан хлористый
- [3] ТУ 9452-001-33189998—95 Дозаторы пипеточные одноканальные