

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
8.626–
2013

Государственная система обеспечения
единства измерений

**ПРИБОРЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
НИТРИТОВ И НИТРАТОВ В ПРОДУКТАХ
ПИТАНИЯ**

Методика поверки

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, Техническим комитетом по стандартизации ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы», ПК 206.5 «Эталоны и поверочные схемы в области измерения физико-химического состава и свойств веществ»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 августа 2013 г. № 58-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Республика Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1943-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8.626–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

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

Государственная система обеспечения единства измерений

ПРИБОРЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НИТРИТОВ И НИТРАТОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

Методика поверки

State system for ensuring the traceability of measurements.
Instruments for determination the nitrites and nitrates in food. Verification procedure

Дата введения — 2015–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на приборы, предназначенные для определения содержания нитратов и нитритов в продуктах питания (далее – приборы), имеющие встроенную заводскую градуировку и реализующие метод прямых измерений, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Содержание нитритов и нитратов может быть выражено в единицах массовой концентрации – мг/дм³ или массовой доли – мг/кг.

Настоящий стандарт распространяется на приборы, основанные на фотометрическом или электрохимическом принципе действия, с нижним пределом измерений массовой концентрации (массовой доли) нитратов и нитритов не более 0,5 ПДК и пределами допускаемой относительной погрешности $\pm 10\%$ или более.

Настоящий стандарт не распространяется на универсальные приборы (например, спектрофотометры, ионометры и т.п.).

Интервал между поверками установлен при утверждении типа средства измерений¹⁾.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2.601—2006 Единая система конструкторской документации. Эксплуатационные документы

ГОСТ 2.610—2006 Единая система конструкторской документации. Правила выполнения эксплуатационных документов

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерений концентраций вредных веществ

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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 пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном

¹⁾ В Российской Федерации интервал между поверками приборов указан в свидетельстве об утверждении типа средств измерений. Для Украины интервал между поверками анализаторов может быть установлен также по результатам метрологической аттестации.

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **нитраты:** Соли азотной кислоты.

3.1.2 **нитриты:** Соли азотистой кислоты.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ПДК – предельно допустимая концентрация вещества, регламентированная нормативными документами страны (например, санитарными нормами и правилами¹⁾);

ПО – программное обеспечение;

СО – стандартный образец утвержденного типа;

ЭД – эксплуатационные документы.

Примечание – К ЭД согласно настоящему стандарту относятся: руководство по эксплуатации, паспорт, формуляр по ГОСТ 2.601, ГОСТ 2.610.

4 Операции поверки

4.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела, пункта методики	Обязательность проведения операции	
		при первичной поверке	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	Да	Да
2 Опробование	9.2	Да	Да
3 Проверка сопротивления изоляции	9.3	Да ¹⁾	Нет
4 Подтверждение соответствия ПО ²⁾	9.4	Да	Да
5 Определение метрологических характеристик	9.5	Да	Да
¹⁾ Данная операция выполняется при первичной поверке до ввода в эксплуатацию и после ремонта, если ремонту подвергались электрические элементы прибора.			
²⁾ Данная операция выполняется в том случае, если в нормативных правовых актах страны установлены требования по ее выполнению.			

4.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

¹⁾ В Российской Федерации санитарные нормы и правила регламентированы в документах [1] и [2].

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические характеристики (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
9	Барометр-анероид М-67 по [3]. Цена деления: 1 мм рт. ст.
	Психрометр аспирационный М-34-М по [4]. Диапазон измерений от 10 % до 100 %.
	Термометр лабораторный ТЛ4 по ГОСТ 28498. Диапазон измерений от 0 °С до 50 °С. Цена деления: 0,1 °С.
9.3	Мегаомметр ЭС0210/1-Г по [5]. Диапазон измерений от 0 до 5 МОм и от 5 до 1000 МОм; выходное напряжение на зажимах (100±10) В, (250±25) В, (500±50) В; пределы допускаемой относительной погрешности ± 2,5 %.
9.5	Стандартные образцы состава водных растворов нитратов утвержденного типа; например, ГСО 6696-93 (МСО 0025:1998) ¹⁾ . Номинальное значение массовой концентрации 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности при P=0,95 не более ± 1 %.
	Стандартные образцы состава водных растворов нитритов утвержденного типа, например; ГСО 7021-93 (МСО 0027:1998) ¹⁾ . Номинальное значение массовой концентрации 1,0 г/дм ³ , границы относительной погрешности при P=0,95 не более ± 1 %.
	Колбы мерные типа 2-100-2 по ГОСТ 1770
	Пипетки типа 6-2-1, 6-2-2, 6-2-5, 6-2-10 по ГОСТ 29227
	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709
¹⁾ Указаны утвержденные типы стандартных образцов, зарегистрированные в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации, признанные Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации и внесенные в Реестр межгосударственных стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.	

5.2 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, метрологические характеристики которых не хуже указанных в таблице 2.

5.3 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке (аттестации), стандартные образцы состава водных растворов нитратов и нитритов – действующие паспорта (сертификаты).

6 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

6.1.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно соответствовать ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.016.

6.1.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

6.2 Требования к квалификации персонала

К работе с приборами и проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с ЭД приборов, имеющие опыт работы в химической лаборатории, а также квалификацию поверителя, действующий аттестат и прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

6 Условия поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5;
- диапазон относительной влажности окружающего воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 4,0.

7 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- подготавливают прибор к работе в соответствии с требованиями ЭД;
- подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями ЭД;
- проверяют наличие паспортов (сертификатов) и срок годности стандартных образцов;
- стандартные образцы выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, не менее 2 ч, поверяемый прибор – согласно требованиям ЭД, но не менее 2 ч.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие прибора следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность и безопасность;
- исправность органов управления;
- маркировка, соответствующая требованиям ЭД;
- четкость надписей на панелях;
- комплектность должна соответствовать ЭД (проверяется при первичной поверке до ввода в эксплуатацию).

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если прибор соответствует перечисленным требованиям.

9.2 Опробование

Поверку общего функционирования прибора проводят в процессе тестирования согласно ЭД.

Результаты опробования считают положительными, если все технические тесты прибора завершены успешно.

9.3 Проверка сопротивления изоляции

Проверку сопротивления изоляции между электрическими цепями и корпусом прибора проводят мегаомметром ЭС0210/1-Г с рабочим напряжением 500 В при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности от 30 % до 80 %.

Мегаомметр подключают к замкнутым между собой контактам сетевого кабеля 220 В и корпусу проверяемого прибора. Тумблер включения прибора в сеть должен находиться в положении «ВКЛ», через одну минуту после приложения измерительного напряжения фиксируют по шкале мегаомметра величину сопротивления изоляции.

Прибор считают выдержавшим испытание, если электрическое сопротивление изоляции не менее 20 МОм.

9.4 Подтверждение соответствия ПО

9.4.1 Подтверждение соответствия ПО приборов проводят путем проверки соответствия ПО приборов тому ПО приборов, которое было зафиксировано (внесено в банк данных Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений) при утверждении типа приборов, и обеспечения защиты ПО от несанкционированного доступа во избежание искажений результатов измерений¹⁾.

Примечание – Требования и методы проверки ПО установлены нормативными правовыми актами страны.

9.4.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО, установленного в прибор, согласно ЭД (вывод на дисплей прибора, распечатка протокола измерения и т.п.);
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при утверждении типа и указанными в ЭД.

9.4.3 Проверку обеспечения защиты ПО от несанкционированного доступа во избежание искажений результатов измерений выполняют согласно ЭД.

9.4.4 Результат подтверждения соответствия ПО приборов считают положительным, если идентификационные данные совпадают с установленными при утверждении типа и указанными в ЭД и выполнены требования ЭД в части защиты ПО от несанкционированного доступа.

9.5 Определение метрологических характеристик

9.5.1 Определение абсолютной и относительной погрешности прибора проводят путем последовательного измерения массовой концентрации (массовой доли) определяемых компонентов (нитрит-иона и нитрат-иона) в поверочных растворах.

Номинальные содержания определяемых компонентов и пределы допускаемых отклонений от них должны соответствовать (5 ± 5) %, (50 ± 5) %, (95 ± 5) % от верхнего предела измерений прибора,

¹⁾ В Российской Федерации согласно [6].

установленного при утверждении типа и указанного в ЭД анализаторов.

9.5.2 Приготовление поверочных растворов

Поверочные растворы готовят на основе стандартных образцов состава водных растворов нитрит - и нитрат -ионов (таблица 2) путем разбавления в соответствии с инструкцией.

Для приготовления поверочных растворов используют колбы мерные типа 2-100-2 по ГОСТ 1770 и пипетки типа 6-2-1, 6-2-2, 6-2-5, 6-10-5 по ГОСТ 29227.

Примечание – При приготовлении используют мерные пипетки, обеспечивающие измерение объема отбираемой аликвоты раствора с относительной погрешностью не более 2,5 %.

Пример приготовления поверочных растворов и рекомендуемые значения массовой концентрации компонентов в поверочных растворах приведены в приложении А.

Значение массовой концентрации компонента в поверочном растворе C_1 , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (1)$$

где C_0 – значение массовой концентрации компонента в стандартном образце состава водных растворов нитрит - и нитрат ионов, приведенное в паспорте, мг/дм³;

V_0 – объем стандартного образца состава водных растворов нитрит - и нитрат ионов, использованный для приготовления поверочного раствора, см³;

V_k – объем приготовленного поверочного раствора, см³.

Примечание – Для приборов, откалиброванных в единицах массовой доли мг/кг, приготовление поверочных растворов производят весовым методом.

9.5.3 Для каждого поверочного раствора измерения проводят три раза и фиксируют результаты измерений C_i , проводят расчет погрешности согласно разделу 10 для каждого измерения и заносят в протокол поверки, форма которого приведена в приложении Б.

10 Обработка результатов измерений

10.1 По результатам измерений массовой концентрации (массовой доли) нитратов и нитритов, полученным в каждой точке поверки, рассчитывают значение абсолютной или относительной погрешности результата измерений, в зависимости от того, какая погрешность нормирована для данного прибора согласно ЭД.

10.1.1 Значение абсолютной погрешности Δ_i , мг/дм³ (мг/кг), находят по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_0, \quad (2)$$

где C_i – измеренное значение массовой концентрации (массовой доли) компонента в поверочном растворе¹⁾, мг/дм³ (мг/кг);

C_0 – значение массовой концентрации (массовой доли) компонента в поверочном растворе, рассчитанное по формуле (1), мг/дм³ (мг/кг).

10.1.2 Значение относительной погрешности δ_i , %, находят по формуле

$$\delta_i = \frac{C_i - C_0}{C_0} \cdot 100 \quad (3)$$

10.1.3 Результаты проведения поверки прибора считают положительными, если полученные значения абсолютной и относительной погрешности не превышают пределов допускаемой погрешности, установленных при утверждении типа и указанных в ЭД приборов.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Составляют протокол поверки по форме в соответствии с приложением Б.

11.2 При положительных результатах поверки прибор признают годным к применению и выписывают на него свидетельство о поверке²⁾ установленной формы.

11.3 При отрицательных результатах поверки прибор признают непригодным к применению и выдают извещение о непригодности¹⁾ установленной формы с указанием причин непригодности.

¹⁾ Если в ЭД измерения указано, что погрешность нормирована для нескольких параллельных измерений, то под C следует понимать среднее из нормированного количества измерений.

²⁾ В Российской Федерации действует [7].

Приложение А
(рекомендуемое)

Примеры приготовления поверочных растворов и рекомендуемые значения массовой концентрации компонентов в поверочных растворах

А.1 Приготовление поверочного раствора нитрат-иона с массовой концентрацией 40 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят с помощью мерной пипетки 4 см³ стандартного образца состава водного раствора нитратов (ГСО 6696-93) с массовой концентрацией 1,0 г/дм³. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Значение массовой концентрации компонента в поверочном растворе вычисляют по формуле (1).

Срок хранения раствора – 5 суток при температуре (20±5) °С.

Аналогичным способом готовят поверочные растворы с массовой концентрацией 100 мг/дм³, 150 мг/дм³.

А.2 Приготовление поверочного раствора нитрит-иона с массовой концентрацией 0,2 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ переносят с помощью мерной пипетки 1 см³ стандартного образца состава водного раствора нитратов (ГСО 7021-93) с массовой концентрацией 1,0 г/дм³. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Значение массовой концентрации компонента в приготовленном растворе вычисляют по формуле (1).

Из полученного раствора (номинальное значение массовой концентрации нитрит-иона 10 мг/дм³) отбирают 2 см³ с помощью мерной пипетки и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Значение массовой концентрации компонента в поверочном растворе вычисляют по формуле (1) настоящего стандарта.

Срок хранения раствора – 8 часов при температуре (20±5) °С.

Аналогичным способом готовят поверочные растворы с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³, 5 мг/дм³.

А.3 Расчет относительной погрешности приготовления поверочных растворов

В случае необходимости относительную погрешность действительного значения массовой концентрации компонента в поверочном растворе δC , %, рассчитывают с учетом процедуры приготовления по формуле:

$$\delta c = 1,1 \times \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2} \cdot 100\right)^2 + (\delta C_A)^2}$$

где v_1 – объем раствора стандартного образца, отмеряемый пипеткой, см³;

Δv_1 – предел допускаемой абсолютной погрешности объема используемой пипетки, см³;

v_2 – объем мерной колбы, см³;

Δv_2 – допускаемая абсолютная погрешность номинального объема используемой колбы, см³;

δC_A – относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации компонента в стандартном образце, %.

А.4 Процедура обеспечивает приготовление поверочных растворов нитрат-иона и нитрит-иона с относительной погрешностью не более 5 %.

**Приложение Б
(рекомендуемое)**

Форма протокола поверки приборов

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____

(тип СИ)

- 1) Заводской номер СИ _____
- 2) Принадлежит _____
- 3) Наименование изготовителя _____
- 4) Дата выпуска _____
- 5) Наименование нормативного документа по поверке _____
- 6) Наименование, обозначение, заводские номера применяемых средств поверки/ номера партии (паспорта) СО _____
- 7) Вид поверки (первичная, периодическая) _____
(нужное подчеркнуть)
- 8) Условия поверки:
– температура окружающей среды _____
– относительная влажность окружающей среды _____
– атмосферное давление _____
- 9) Результаты проведения поверки
Внешний осмотр _____
Опробование _____
Подтверждение соответствия программного обеспечения¹⁾ _____

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения

10) Определение метрологических характеристик

Определение погрешности

Поверочный раствор	Массовая концентрация (массовая доля) компонента, мг/дм ³ (мг/кг / %)	Пределы допускаемой относительной или абсолютной погрешности	Значение погрешности, полученное при поверке
	Действительное значение C_0	Показание прибора C_1	
1-1			
1-2			
1-3			
2-1			
2-2			
2-3			
3-1			
3-2			
3-3			

Вывод: _____

¹⁾ Данный пункт приводится в протоколе в том случае, если при поверке прибора выполнялась операция по подтверждению соответствия ПО. Объем данных, указываемых в таблице, определен в ЭД приборов. Наименование и номер версии ПО приводятся обязательно.

ГОСТ 8.626– 2013

Заключение _____ заводской № _____
(тип СИ)
соответствует (не соответствует) предъявляемым требованиям и признано годным
(не годным) для эксплуатации.

Подпись поверителя _____

Выдано свидетельство о поверке _____ от _____
(Выдано извещение о непригодности _ от _____)

Библиография

- [1] СанПин 2.3.2.1078-01 Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования к безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов»
- [2] СанПин 2.3.2.1293-03 Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования по применению пищевых добавок»
- [3] ТУ 2504-1797-75 Барометр-анероид контрольный М-67. Технические условия
- [4] ГРПИ 405132.001 ТУ Психрометры аспирационные. Технические условия
- [5] ТУ У 3.28-00226106-033—99 Мегаомметры ЭС 0210
- [6] Р 50.2.077—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Испытания средств измерений в целях утверждения типа. Проверка обеспечения защиты программного обеспечения
- [7] ПР 50.2.006—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

УДК 546.07:006.354

МКС 17.020

Ключевые слова: приборы, нитраты, нитриты, продукты питания, методика поверки

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84¹/₈.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1367.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru