



ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ АЛЮМИНИЯ, ЖЕЛЕЗА, КАДМИЯ, МЕДИ, МЫШЬЯКА, РТУТИ, СВИНЦА В ПРОБАХ АЛКОГОЛЬНЫХ И БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ

Методика М 04-68-2010

(ФР.1.31.2011.09382)

ПУ 62-2017

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой доли кадмия, мышьяка, ртути и свинца в пробах **питьевых минеральных, лечебных и других вод, безалкогольных напитков, пива, вин, водок и других алкогольных напитков**, а также алюминия, железа и меди в пробах **вин, коньяков и пива** методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией серии «МГА». Для определения ртути дополнительно используется ртутно-гидридная приставка «РГП-915».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений массовой доли элементов основан на разбавлении проб напитков с последующим измерением массовой концентрации элементов методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией серии «МГА».

Перед измерением ртути ее соединения восстанавливают раствором хлорида олова и элементную ртуть переносят током инертного газа в подготовленную графитовую кювету спектрометра. Пробы вин предварительно минерализуют.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, млн ⁻¹ (мг/кг)	Объекты анализа
Кадмий	0,005 – 0,3	питьевые минеральные, лечебные и другие воды; безалкогольные напитки; пиво; вина, водки и другие алкогольные напитки
Мышьяк	0,1 – 2	
Ртуть*	0,0025 – 0,05	
Свинец	0,05 – 3	
Алюминий	0,1 – 10	вина, коньяки, пиво
Железо	0,5 – 20	
Медь	0,05 – 10	

* измерения проводятся с использованием ртутно-гидридной приставки «РГП-915».

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация) или «МГА-1000»;
- ртутно-гидридная приставка «РГП-915» (для определения ртути);
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 10–100 мкл, например, фирмы «Biohit Corp.»;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 1–5 мл, например, фирмы «Biohit Corp.»;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная;
- кислота серная концентрированная, х.ч.;
- кислота азотная концентрированная, ос.ч. или имп.;
- палладия нитрат, например, производства фирмы «Merck», кат. № 107289.



Дополнительно, для определения ртути требуются следующие оборудование и реактивы:

- СВЧ-минерализатор «МИНОТАВР®», производства ГК «ЛЮМЭКС»;
- калия бихромат, х.ч.;
- кислота серная, ос.ч.;
- олова (II) хлорид, 2-водный, ч.д.а.;
- кислота гексахлорплатиновая, например, производства фирмы «Merck», кат. № 8.0734.0001;
- водорода перекись (30%), ос.ч.

ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор и подготовка проб, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, подготовка графитовой печи, экспресс-определение качества бидистиллированной воды, градуировка спектрометра и проверка качества построения градуировочной характеристики.

Отбор проб проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на конкретный вид анализируемой продукции.

Подготовка проб напитков заключается в их разбавлении. Пробы вина для определения ртути минерализуют.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь спектрометра вводят дозатором от 10 до 40 мкл анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания) и производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы.

Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра “МГА-915/1000”» и ПУ 62-2017.

Сбор и обработку данных с последующим формированием отчета в удобном для пользователя виде осуществляют с использованием программного обеспечения, входящего в комплект поставки прибора.