



ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КАДМИЯ, МЫШЬЯКА, ОЛОВА, РТУТИ, СВИНЦА, ХРОМА В ПРОБАХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОГО СЫРЬЯ, КОРМОВ, КОМБИКОРМОВ И СЫРЬЕ ДЛЯ ИХ ПРОИЗВОДСТВА

Методика М 04-64-2017
(ФР.1.31.2017.27026)

ГОСТ Р 55447-2013
СТ РК 2350-2013

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой доли тяжелых металлов (кадмия, свинца, мышьяка, олова, хрома и ртути) в пробах **мяса и мясопродуктов, рыбы и рыбопродуктов, молока и молочных продуктов, зерна, мукомольно-крупяных и хлебобулочных изделий, плодоовощной продукции (в том числе чая, кофе, соков и соковой продукции), сахара и кондитерских изделий (в том числе шоколада), соли, БАД, консервов, а также кормов, комбикормов и сырья для их производства** с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией серии «МГА». Методика не распространяется на маслянистое сырье и жировые продукты.

На основе методических разработок «ЛЮМЭКС» созданы и введены в действие **ГОСТ Р 55447-2013 «Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова методом атомно-абсорбционной спектроскопии»** и **СТ РК 2350-2013 «Продукты пищевые, продовольственное сырье, корма для животных. Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомноабсорбционным методом с электротермической атомизацией»**.

Для определения токсичных элементов в **напитках**, включая пивоваренную и винодельческую продукцию, специалистами Группы компаний «ЛЮМЭКС» разработана специализированная методика **М 04-68-2010**.

Методика **М 04-64-2017** включена в перечень стандартов технического регламента **ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»**.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами металлов, возникающего при его прохождении через слой атомного пара в электротермическом атомизаторе атомно-абсорбционного спектрометра.

Массовая концентрация элементов определяется величиной интегрального сигнала абсорбции и рассчитывается автоматически по предварительно установленной градуировочной зависимости.

Минерализацию проб пищевых продуктов и продовольственного сырья, комбикормов и комбикормового сырья проводят одним из трех методов: сухое озоление, мокрая минерализация, минерализация при повышенном давлении.

Перед измерением ртути ее соединения восстанавливают раствором хлорида олова и переносят током инертного газа в подготовленную графитовую кювету спектрометра.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, млн ⁻¹
Кадмий	0,01 – 1,0
Мышьяк	0,05 – 10
Олово	5 – 1000
Ртуть*	0,0025 – 1,0
Свинец	0,05 – 10
Хром	0,2 – 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;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная;
- кислота серная концентрированная, х.ч.;
- кислота азотная концентрированная, ос.ч. или имп.;
- кислота соляная, ос.ч.;
- водорода перекись (30%), ос.ч.;
- аммония дигидрофосфат, напр., производства фирмы «Merck», кат. № 107290;
- магния нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 105813;
- палладия нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 107289.

Дополнительно, для определения ртути требуются следующие реактивы:

- 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.

ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор и подготовка проб, подготовка химической посуды, 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.

Разложение проб пищевых продуктов проводят методом сухой или мокрой минерализации согласно методике. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении проводят согласно ГОСТ 31671-2012. с использованием микроволнового способа нагрева (СВЧ-минерализаторов), например, с помощью СВЧ-минерализатора «МИНОТАВР®-2» производства ГК «ЛЮМЭКС».

Массовую концентрацию элементов определяют в полученном минерализате.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь атомизатора 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”».

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