ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ ӨНДІРІСТІК ШИКІЗАТ

Улы элементтердің (кадмийдің, қорғасынның, мыстың және мырыштың) құрамын инверсті-вольтамперметрлік әдіспен анықтау

ҚР СТ ГОСТ Р 51301-2005

Ресми басылым

Қазақстан Республикасының Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология жөніндегі комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорнымен **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗІЛГЕН**

2 Қазақстан Республикасының Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2005 жылғы 11 қарашадағы № 392 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛГЕН**

3 Осы стандарт Қазақстан Республикасының экономика қажеттіліктерін көрсететін қосымша талаптары мәтінде курсивпен беріліп ГОСТ Р 51301-99 «Тамақ өнімдері және өндірістік шикізат. Улы элементтердің (кадмийдің, қорғасынның, мыстың, мырыштың) құрамын инверсті-вольтамперметрлік әдіспен анықтау» толық түпнұсқалық мәтіні болып табылады

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2010 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартты Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толығымен және бірен-сарандап көбейтуге және таратуға болмайды.

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Анықтамалар, белгілер және қысқартулар	3
4	Инверсті вольтамперметрлік әдістің маңызы	3
5	Өлшем нәтижесінің қателігін сипаттау	6
6	Өлшемдерді орындауға қойылатын талаптар	8
7	Өлшем құралдары, қосалқы құрал-жабдықтар, ыдыстар, реактивтер, материалдар	8
8	Өлшемдерді орындауға дайындық	11
9	Сынауларды ИВ-өлшемдерге дайындау	16
10	Өлшемдерді жүргізу	20
11	Талдау нәтижелерін өңдеу және рәсімдеу	26
12	Талдау нәтижелерінің дәлдігін бақылау	29
	А қосымшасы (анықтамалық). Библиография	33

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ ЖӘНЕ ӨНДІРІСТІК ШИКІЗАТ

Улы элементтердің (кадмийдің, қорғасынның, мыстың және мырыштың) құрамын инверсті-вольтамперметрлік әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2006-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт тамақ өнімдері мен өндірістік шикізаттарға таратылады және олардың құрамындағы улы элементтерді (кадмийдің, қорғасынның, мыстың және мырыштың) біркелкі анықтаудың инверсті-вольтамперметрлік әдісін белгілейді.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта келесі стандарттарға сілтемелер қолданылған:

ҚР СТ 2.1-2000 ҚР МӨЖ. Терминдер және анықтамалар

ҚР СТ 2.10-2000 ҚР МӨЖ. Аттестатталған қоспа. Әзірлеу, аттестациялау және қолдану тәртібі

ҚР СТ 2.18-2003 ҚР МӨЖ. Өлшемдерді орындау әдістері. Әзірлеу, метрологиялық аттестациялау, тіркеу және қолдану тәртібі

ҚР СТ 2.79-2004 ҚР МӨЖ. Шетелдік материалдардың, заттардың құрамы мен қасиетінің стандартты үлгілері. Қолданысқа рұқсат беру тәртібі. Негізгі ережелер

ҚР СТ 1174-2003 ССБТ. Нысандарды қорғауға арналған өрт техникасы. Негізгі түрлері. Орналастыру және қызмет көрсету

ГОСТ 8.024-2002 МӨЖ. Тығыздықтың өлшем құралдарына арналған мемлекеттік салыстырып тексеру сұлбасы

ГОСТ 8.025-96 Өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Сұйықтықтар жабысқақтығының өлшем құралдарына арналған мемлекеттік салыстырып тексеру сұлбасы

ГОСТ 8.395-80 Өлшемді салыстырып тексеру барысындағы қарапайым шарттар. Жалпы талаптар

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Өрт қауіпсіздігі. Жалпы талаптар

ГОСТ 12.1.005-91 ССБТ. Жұмыс аймағының ауасына қойылатын жалпы санитарлы-тазалық талаптары

ГОСТ 12.1.009-83 ССБТ. Нысандарды қорғауға арналған өрт техникасы. Негізгі түрлері. Орналастыру және қызмет көрсету

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электр қауіпсіздігі. Жалпы талаптар және қорғаныс түрлерінің номенклатурасы

ГОСТ 976-81 Маргарин, кондитерлік майлар, наубайханалық және аспаздық. Қабылдау тәртібі және сынау әдістері

ГОСТ 1770-74 Зертханалық, шыныдан жасалған өлшегіш ыдыс. Цилиндрлер, мензуркалар, шыны сауыттар, шыны түтіктер. Техникалық шарттар

ГОСТ 2156-76 Қос көмірқышқылды натрий. Техникалық шарттар

ГОСТ 2405-88 Манометрлер, вакуумметрлер, мановакуумметрлер, қысым өлшегіш, тарту күшін өлшегіш және тарту күші мен қысым өлшегіш. Жалпы техникалық шарттар

ГОСТ 3118-77 Реактивтер. Тұз қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 4165-78 Реактивтер. 5-сулы күкірт қышқылды мыс (II). Техникалық шарттар

ГОСТ 4174-77 Реактивтер. 7-сулы күкірт қышқылды мырыш. Техникалық шарттар

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 4212-76 Реактивтер. Колориметриялық және нефелометриялық талдауды жүргізу үшін ерітінділерді дайындау әдісі

ГОСТ 4236-77 Реактивтер. Азотқышқылды қорғасын (II). Техникалық шарттар

ГОСТ 4328-77 Реактивтер. Натрий гидрототығы. Техникалық шарттар

ГОСТ 4456-75 Реактивтер. Күкірт қышқылды кадмий. Техникалық шарттар

ГОСТ 4461-77 Реактивтер. Азот қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 4520-78 Реактивтер. 1-сулы азот қышқылды сынап. Техникалық шарттар

ГОСТ 4658-73 Сынап. Техникалық шарттар

ГОСТ 5072-79 Метал секунд өлшеуіштер. Техникалық шарттар

ГОСТ 5471-83 Өсімдік майлары. Қабылдау ережелері және сынақтарды іріктеу әдісі

ГОСТ 5667-65 Нан өнімдері. Қабылдау ережелері, үлгілерді іріктеу әдістері, органолептикалық көрсеткіштер мен бұйымдар массасын анықтау әдістері

ГОСТ 5848-73 Реактивтер. Құмырсқа қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар

ГОСТ 7269-79 Ет. Үлгілерді іріктеу әдісі және жаңалығын анықтаудың органолептикалық әдісі

ГОСТ 7631-85 Балық, теңіз сүткоректілері, теңіз омыртқасыздары және өңделген өнімдер. Қабылдау ережелері, сапаны бағалаудың органолептикалық әдістері. Зертханалық сынақтар үшін сынақтарды іріктеу әдістері

ГОСТ 7702.0-74 Құс еті. Үлгілерді іріктеу әдістері. Сапаны бағалаудың органолептикалық әдістері

ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73) Газ түріндегі және сұйық азот. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9736-91 Электр емес шамаларды өлшеуге арналған тура түрленудегі электрлік аспаптар. Жалпы техникалық талаптар және сынау әдістері

ГОСТ 9792-73 Шұжық бұйымдары, шошқа, қой, сиыр және басқа да жануарлар мен құстар еттерінің өнімдері. Қабылдау әдістері және сынақтарды іріктеу әдістері

ГОСТ 10054-82 Әшекейленген, қағаздан жасалған су өткізбейтін тері. Техникалық шарттар

ГОСТ 10929-76 Реактивтер. Сутекті пероксидтеу. Техникалық шарттар

ГОСТ 11125-84 Ерекше таза азот қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгіш қағаздар. Техникалық шарттар

ГОСТ 13586.3-83 Астық. Қабылдау әдістері және сынақтарды іріктеу әдістері

ГОСТ 13861-89 (ИСО 2503-83) Газоплазмалық өңдеуге арналған редукторлар. Жалпы техникалық шарттар

ГОСТ 14261-77 Ерекше таза тұз қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 14262-78 Ерекше таза күкірт қышқылы. Техникалық шарттар

ГОСТ 14849-89 Макарон бұйымдары. Қабылдау әдістері және сапаны анықтау әдістері

ГОСТ 14919-83 Тұрмыстық электрлік плиталар, электрлік плиталар және қуыратын электрлік шкафтар. Жалпы техникалық шарттар

ГОСТ 17435-72 Сызуға арналған сызғыштар. Техникалық шарттар

ГОСТ 17792-72 2-дәрежелі үлгілі қанықкан хлор күмісті салыстыру электроды

ГОСТ 18300-87 Тазартылған техникалық этил спирті. Техникалық шарттар

ГОСТ 19908-90 Тигельдер, тостағаншалар, стақандар, шыны сауыттар, май құйғыштар, шыны түтіктер және мөлдір кварцті шынының ұштықтары. Жалпы техникалық шарттар

ГОСТ 20490-75 Реактивтер. Марганец қышқылды калий. Техникалық шарттар

ГОСТ 21400-75 Химия-зертханалық шыны. Техникалық талаптар. Сынау әдістері

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразы. Жалпы техникалық талаптар

ГОСТ 25336-82 Шыныдан жасалған зертханалық ыдыстар мен құрал-жабдықтар. Типтер, негізгі параметрлер және көлемдер

ГОСТ 26809-86 Сүт және сүт өнімдері. Қабылдау ережелері, іріктеу және сынақтарды талдауға дайындау әдістері

ГОСТ 26929-94 Шикізат және тамақ өнімдері. Сынауларды дайындау. Улы элементтердің құрамын анықтау үшін минералдау

ГОСТ 27668-88 Ұн және кебек. Қабылдау және сынақтарды іріктеу әдістері

ГОСТ 28165-89 Шыныдан жасалған зертханалық аспаптар мен аппараттар. Су тазартушылар. Буландырғыштар. Тазартқыш қондырғылар. Жалпы техникалық талаптар

ГОСТ 29225-91 (ИСО 1775-75) Зертханалық фарфорлы ыдыстар мен құрал-жабдықтар. Жалпы талаптар және сынау әдістері

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Зертханалық шыны ыдыстар. Бөліктенген пипеткалар. 1 бөлім. Жалпы талаптар

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Зертханалық шыны ыдыстар. Бөліктенген пипеткалар. 2 бөлім. Күту уақыты белгіленбеген бөліктенген пипеткалар

ГОСТ 30004.2-93 Майонездер. Қабылдау ережелері және сынау әдістері

3 Анықтамалар, белгілер және қысқартулар

3.1 Осы стандарта пайдаланылған терминдер ҚР СТ 2.1 және ҚР СТ 2.18 сәйкес.

3.2 Осы стандартта келесі қысқартулар мен белгілер қолданылады:

ИВ - инверсті-вольтамперметрлік әдіс немесе инверсті вольтамперметр;

АҚ – аттестатталған қоспа;

ВА – вольтамперограмма ;

УК – ультракүлгін (сәуле түсіру);

МСҮ – мемлекеттік стандарттық үлгі;

МХТ – мөлшерлік химиялық талдау.

4 Инверсті вольтамперметрлік әдістің маңызы

Тамақ өнімдері мен өндіріс шикізатының құрамындағы улы элементтерді сынаудың сандық химиялық талдауы (СХТ), дайын сынақ ерітіндісіндегі элементтердің (кадмийдің, қорғасынның, мыстың және мырыштың) жалпы топталуын инверсті-вольтамперметрлік (ИВ) әдіспен анықтауға негізделген.

ИВ әдісімен сынақтарды талдаудың жалпы сұлбасы 1 суретте келтірілген.

Сынақтарды ИВ-өлшеміне дайындау әдісі осы стандарттың 9 тарауында көрсетілген. Талдау нысандары шартты түрлерге бөлінген: 1 – «қатты».тағамдар; 2 – сүт және сүт өнімдері; 3 – алкогольды және алкогольсыз сусындар.

ИВ-өлшемнің әдісі, шекті диффузиялы токтың берілген потенциалындағы талданатын ерітіндіден, индикаторлы электродта элементтердің электрохимиялық тұну қасиетіне негізделіп, одан кейін әр элементке тән нақты потенциалдағы анодтық поляризация үрдісінде еріп кетеді. Индикаторлы электродтағы элементтердің электрлік тұну үрдісі, электролиздің уақыт ағымындағы электролиздің берілген потенциалында жүреді. Электрод бетіндегі элементтердің электрлік еруі, берілген аспаптың сезгіштігіндегі ауыспалы потенциалдық тәртіптемеде (сызықтық және басқа) жүреді.

Тіркелетін вольтамперограмма анықталатын элементтердің аналитикалық дабылын (максималды анодтық токтар) құрайды. Элементтің аналитикалық дабылы, пропорционалды тікелей анықталатын элементтің концентрациясына тәуелді. Сынаудағы ерітіндідегі элементтердің жалпы концентрациясын АС анықталатын элементтердің аттестатталған қоспасын қосу әдісі бойынша анықтайды.



1 сурет – Инверсті вольтамперметрлік әдіспен сынауларды талдау сұлбасы

Элементтердің жалпы концентрациясын анықтау диапазондары және нақты мөлшер шамалары немесе тамақ өнімдері мен өндірістік шикізаттардың түрлі сынауларына арналған көлемдер 1 кестеде келтірілген. Егер сынаудағы элементтердің құрамы концентрацияларды анықтау

диапазонының жоғарғы шетінен асып кеткенде, ИВ-өлшемге дайындалған сынауды қосуға немесе дайындалған ИВ-өлшеміне арналған аликвотаны аз алуға болады.

1 кесте – Элементтердің концентрациясын анықтау диапазоны және тамақ өнімдері мен өндірістік шикізаттардың түрлеріне арналған сынаулардың нақты мөлшер шамасы (көлемдер)

Нысан тобы	Талдау нысаны	Нақты мөлшер, г немесе көлем, $см^3$			Элемент	Элементтің жалпы концентрациясын анықтау диапазоны, мг/кг немесе $мг/дм^3$		
		әдіс				әдіс		
		I	II	III		I	II	III
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Жемістер, көкөністер және олардың өңделген өнімдері	1 - 2	5	5	Cd	0,05 - 50	0,01 - 5,0	0,002-5,0
	Ет, балық, жұмыртқа және олардың өңделген өнімдері	1 - 2	5	4-5	Pb	0,04 - 10	0,02 - 5,0	0,02 - 50
	Ұн, жарма, астық және олардың өңделген өнімдері	2 - 4	5	2	Cu	0,05 - 30	0,2 - 100	0,6 - 200
	Нан, және кондитерлік бұйымдар	2 - 4	5	5	Zn	1,0 - 100	2,5 - 250	1,0 - 400
	Шәй, кофе, какао	2 - 4	5	5				
2	Сүт және сүт өнімдері	1 - 2	5	4	Cd	0,005-1,5	0,01 - 5,0	0,002-5,0
					Pb	0,02 - 2,0	0,02 - 5,0	0,02 - 50
					Cu	0,1 - 15	0,2 -100	0,6 - 200
					Zn	0,2 - 50	2,5 -250	1,0 - 400
3	Алкогольды және алкогольсіз сусындар	0,5 - 2	25	5	Cd	0,001-0,02	0,002-1,0	0,002-5,0
					Pb	0,004 - 0,2	0,004-1,0	0,02 - 50
					Cu	0,002 - 2,0	0,04 - 20	0,6 - 200
					Zn	0,01 - 20	0,5 - 50	1,0 - 400

5 Өлшем нәтижесінің қателігін сипаттау

Тамақ өнімдері және өндірістік шикізаттарының ИВ әдістері сынауындағы улы элементтердің (кадмийдің, қорғасынның, мыстың және мырыштың) құрамын анықтау нәтижелерінің салыстырмалы қателігінің шегі 2 кестеде келтірілген.

Өлшемді тура талдау әдісіне сәйкес жүргізу және регламенттелетін барлық шарттарды қадағалауда, Р= 0,95 сенімділік мүмкіндігіндегі элементтердің концентрациясын анықтайтын барлық диапазондар үшін талдау нәтижесінің салыстырмалы қателігі 2 кестеде келтірілген белгілерден аспауы керек.

2 кесте – Нысандар тобы үшін сенімділік мүмкіндігіндегі талдаудың әр нәтижесі үшін (*X*, мг/кг немесе мг/дм^3) оны құрайтын және салыстырмалы қателік сипаттамаларының белгілері

Сынақ ты дайын дау әдісі	Нысан тобы	Элемент атауы және анықтау концентрацияларының диапазоны мг/кг (мг/дм^3)	Оны құрайтын қателіктердің салыстырмалы белгілері, %		
			$\pm\delta$	$\overset{\circ}{\sigma}(\delta)$	$\pm\delta_c$
I	1	Кадмий 0,05 тен 50 ге қосылған	32	15	12
		Қорғасын 0,04 тен 10 ға қосылған	35	17	10
		Мыс 0,05 тен 30 ға қосылған	38	18	13
		Мырыш 1,0 ден 100 ге қосылған	33	16	10
	2	Кадмий 0,005 тен 1,5 ке қосылған	32	15	12
		Қорғасын 0,02 ден 2,0 ге	40	20	10
		Мыс 0,1 ден 1,5 ке қосылған.	31	15	10
		Мырыш 0,2 ден 50 ге қосылған.	29	14	10
	3	Кадмий 0,001 ден 0,02 ге	37	18	10
		Қорғасын 0,004 тен 0,2 ге	29	14	10
		Мыс 0,002 ден 2,0 ге қосылған	30	14	12
		Мырыш 0,01 ден 20 ға қосылған	35	17	10
II	1, 2, 3	Кадмий 0,002 ден 5,0 ге қосылған	42	20	16
		Қорғасын 0,004 тен 5,0 ге	49	23	19
		Мыс 0,04 тен 100 ге қосылған	38	17	18
		Мырыш 0,5 тен 250 ге қосылған	30	14	12
III	1, 2, 3	Кадмий 0,002 ден 5,0 ге қосылған	47	22	18
		Қорғасын 0,02 ден 50 ге қосылған	43	20	18
		Мыс 0,6 дан 200 ге қосылған	39	18	16
		Мырыш 1,0 ден 400 ге қосылған	42	19	20

Ескертулер:

1 $\pm\delta$ - салыстырмалы қателіктің сипаттамасы, яғни, салыстырмалы қателіктің берілген мүмкіндікпен орналасқан аралық шекарасы

2 $\overset{\circ}{\sigma}(\delta)$ - салыстырмалы қателікті кездейсоқ құрайтын сипаттама, қателікті кездейсоқ құрайтын орта квадраттық ауытқу;

3 $\pm\delta_c$ - салыстырмалы қателікті жүйелі құрайтын, яғни салыстырмалы қателікті құраушының берілген мүмкіндікпен орналасқан шекарасы.

6 Өлшемдерді орындауға қойылатын талаптар

6.1 Жұмыстарды қауіпсіз жүргізу шарттары

6.1.1 Талдауларды орындау кезінде, ГОСТ 12.1.005. бойынша химиялық реактивтермен жұмыс істегенде техника қауіпсіздігінің талаптарын қадағалау қажет.

6.1.2 ГОСТ 12.1.019. бойынша электр қондырғыларымен жұмыс істегендегі электр қауіпсіздігі.

6.1.3 Зертхана кеңсесі, ГОСТ 12.1.004 бойынша өрт қауіпсіздігінің талаптарына сәйкес болуы қажет және ГОСТ 12.4.009 және ҚР СТ 1174.бойынша өрт сөндіру құралдары болуы керек.

6.2 Операторлардың біліктілігіне қойылатын талаптар:

Өлшемдерді, вольтамперметрлік талдаудың техникасын игерген және қолданатын аппаратураны пайдалану бойынша нұсқауды зерттеген химик-аналитик жүргізуі қажет.

6.3 Өлшемдерді орындау шарттары

Өлшемдерді, ГОСТ 8.395 бойынша қарапайым зертханалық жағдайда жүргізеді:

- Қоршаған ауаның температурасы (25±10) °С;
- Атмосфералық қысым (97±10) кПа;
- Салыстырмалы ылғалдылық (65±15) %;
- Ауыспалы токтың жиілігі (50±5) Гц;
- Жүйедегі кернеу (220±10) В.

7 Өлшем құралдары, қосалқы құрал-жабдықтар, ыдыстар, реактивтер және материалдар

Өлшемдерді орындау және сандық химиялық талдауларды жүргізуде келесі өлшем құралдары, қосымша жабдықтар, ыдыстар, материалдар мен реактивтер қолданылады:

7.1 Өлшем құралдары және қосымша жабдықтар

7.1.1 Вольтамперметрлік талдауыш АВА-1, АВА-2, ТА-1, ТА-2, ХАН-2 [12].

7.1.2 Электролитикалық ұяшық, құрамына кіретіндер:

- (15-20) $см^3$ сыйымдылықты кварцті шыныдан жасалған ауысымды стақаншалар-электролиздер;
- индикаторлы электрод: сынап қабыршағының (10-20) мкм қалыңдығымен және (0,03 - 0,2) $см^3$ жұмыс үсті, күміс қасықтағы сынапты-қабыршақты немесе графиткұрамды, көмірситалды электрод немесе айналмалы дискті шыны көміртекті электрод;
- салыстыру электроды: 3,0 кОм көп емес қарсыласу хлоркүмісі немесе ГОСТ 17792 бойынша 2 дәрежелі эталонды қаныққан хлоркүміс;

- қосымша электрод: диаметрі 0,2 - 0,5 см шыны көміртегіден жасалған серіппе немесе электролизер қызметін атқаратын, сыйымдылығы50 $см^3$ [1] шынықөміртекті тигель.

7.1.3 ГОСТ 2405 (I әдіс) бойынша (25,0±0,1) МПа манометрлі ГОСТ 13861 бойынша редуктор немесе магнитті араластырғыш (II әдіс).

7.1.4 ±0,2 мг көп емес таразылау қателігі бар ГОСТ 24104 бойынша зертханалық таразылар.

7.1.5 Инертті газды ұяшыққа жеткізуге арналған полиэтиленді немесе резиналы шлангтар (I әдіс).

7.1.6 ГОСТ 14919 бойынша жабық серіппелі электрлік плитка.

7.1.7 ±5 °С қателікпен берілген температураны 40 тан 150 °С дейін ұстап отыруды қамтамасыз ететін кептіргіш шкаф.

7.1.8 ГОСТ 9736 бойынша ПМ-8 немесе МР-64-02-15 типті муфельді пеш немесе ±25 °С қателікпен 150 ден 600 °С дейін ұстап отыруды қамтамасыз ететін камералы зертхана, қарсыласу электрлік пеші.

7.1.9 ОПн-8 маркалы зертханалық центрифуга.

7.1.10 ГОСТ 28165 немесе [2] бойынша суды бидистиляциялауға арналған аппарат.

7.1.11 ГОСТ 29225 (П әдіс) бойынша 100,0 $см^3$ сыйымдылықты N3 буландыру шыны аяғы.

7.1.12 Тигелді қысқаштар [3].

7.1.13 ГОСТ 17435 бойынша өлшегіш сызатын сызғыш.

7.1.14 Масштабты-координатты қағаз..

7.1.15 Универсалды индикаторлы қағаз.

7.2 Ыдыстар

7.2.1 ГОСТ 29227 немесе ГОСТ 29228 бойынша 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ нақты сыйымдылықты 2-дәрежелі зертханалық шыныдан жасалған өлшегіш пипеткалар.

7.2.2 ГОСТ 1770 бойынша 2-дәрежелі дәлдікті тығыз тығынды зертханалық шыныдан жасалған өлшегіш ыдыстар: 25,0, 50,0; 100,0, 500 және 1000 $см^3$ сыйымдылықты құймалы шыны сауыт; 50,0, 10,0 $см^3$ сыйымдылықты цилиндрлер және 10,0; 15,0 $см^3$ сыйымдылықты өлшегіш шыны түтікшелер.

7.2.3 ГОСТ 29225 бойынша 20-30 $см^3$ сыйымдылықты, зертханалық фарфорлы тостағаншалар мен тигельдер немесе 20 - 50 $см^3$ ГОСТ 19908 бойынша 20 - 50 $см^3$ сыйымдылықты, кварцті тостағаншалар мен тигельдер.

7.2.4 ГОСТ 21400 бойынша шыны таяқшалар.

7.2.5 ГОСТ 25336 бойынша эксикатор.

7.2.6 ГОСТ 8.024, ГОСТ 8.025 бойынша салыстырып тексеру сұйықтығы

7.2.7 Аттестатталған қоспалар:

- АС-27 (аттестатталатын белгілер қателігімен0,003 мг/$см^3$)

- АС-28 (аттестатталатын белгілер қателігімен0,001 мг/см^3)
- АС-29 (аттестатталатын белгілер қателігімен0,003 мг/см^3)
- АС-31 (аттестатталатын белгілер қателігімен0,003 мг/см^3)

7.3 Реактивтер мен материалдар

7.3.1 Р = 0,95-тегі 1 % сыйымдылықтан көп емес қателікті мырыш, кадмий, қорғасын және мыс иондарының сулы ерітіндісі құрамының мемлекеттік стандарттар үлгісі. Стандартты үлгідегі элемент концентрациясы 0,1 мг/см^3 аз емес, 10,0 мг/см^3 көп болмауы керек.

7.3.2 ГОСТ 4174 бойынша 7-сулы күкірт қышқылды мырыш.

7.3.3 ГОСТ 4456 бойынша 8/3-сулы күкірт қышқылды кадмий.

7.3.4 ГОСТ 4236 азот қышқылды қорғасын.

7.3.5 ГОСТ 4165 бойынша 5-сулы күкірт қышқылды мыс.

7.3.6 ГОСТ 14262 ө.т. немесе ГОСТ 4204 х.т.бойынша концентрацияланған күкірт қышқылы

7.3.7 ГОСТ 5848 х.т. (әдіс I) бойынша құмырсқа қышқылы.

7.3.8 ГОСТ 14261 ө.т. немесе ГОСТ 3118 х.т бойынша тұз қышқылы.

7.3.9 ГОСТ 11125 ө.т. немесе ГОСТ 4461 х.т бойынша азот қышқылы.

7.3.10 Хлор қышқылы х.т. [4].

7.3.11 ГОСТ 10929 бойынша сутек пероксиді.

7.3.12 ГОСТ 4328 х.т. бойынша натрий гидрототығы.

7.3.13 ГОСТ 2156-76 натрий қос тотығы.

7.3.14 ГОСТ 4520 х.т. (әдіс II) бойынша $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ 1-сулы азот қышқылды сынап.

7.3.15 [5] (II әдіс) 3-сулы сірке қышқылды натрий .

7.3.16 ($Ga(NO_3)_3 \cdot 8H_2O$ [6] ө.т. 8-сулы азот қышқылды галий, немесе металл галий [7] (II әдіс).

7.3.17 ГОСТ 6709 бойынша тазартылған су, күкірт қышқылының қатысуымен қосымша айдалынып әкелінген (1,0 дм^3 суға 0,5 см^3 концентрацияланған күкірт қышқылы және 3,0 см^3 3%-ды марганец қышқылды калий ерітіндісі) – екі рет тазартылған су.

7.3.18 ГОСТ 20490 бойынша марганец қышқылды калий.

7.3.19 ГОСТ 4658 (I әдіс) бойынша металл сынап.

7.3.20 ГОСТ 9293 ө.т. бойынша газ түріндегі азот немесе 0,03 % (I әдіс) көп емес сутектің жалпы үлестік инертті газы .

7.3.21 Калий хлориді ө.т. [8].

7.3.22 ГОСТ 18300 (II әдіс) бойынша жоғары тазалаудағы этил спирті.

7.3.23 pH 1-14 индикаторлы универсалды қағаз.

7.3.24 ГОСТ 12026 бойынша сүзгіш қағаздар немесе күлденбеген сүзгіштер (көк лента) [9].

7.3.25 ГОСТ 10054 бойынша 40 мкм (М 40) түйіршікті, су өткізбейтін, қағаз, әшекейленген тері.

7.3.26 20 - 28 мкм (ЛМ 28/20) [10] бойынша түйіршікті, эльборлы, мата,

әшекейленген тері.

7.3.27 2-3 мкм (ЛМЗ/2) [11] түйіршіктелген алмазды, мата, әшекейленген тері.

Барлық реактивтер ө.т. немесе х.т. дәрежелі болуы керек.

Осы стандарттағы көрсетілген талдау нәтижелерінің дәлдігін қамтамасыз ететін басқа да өлшем құралдарын, қосалқы құрал-жабдықтар, ыдыстар, материалдар, реактивтерді қолдану мүмкін.

8 Өлшемдерді орындауға дайындық

8.1 Сынауларды іріктеу

Талдауға тамақ өнімдері мен өндірістік шикізаттарды іріктеуді, стандарттарға сәйкес немесе тамақ өнімдері мен өндірістік шикізаттардың нақты типтері мен түрлерінің сынауларын іріктеуді регламенттейтін басқа да нормативтік құжаттарға сәйкес жүргізеді:

- ГОСТ 26809 – сүт және сүт өнімдерінің сынауларын іріктеу;
- ГОСТ 13586.3, ГОСТ 27668 – астық және оның өңделген өнімдерінің сынаулары;
- ГОСТ 5667 – нан және ұн тағамдарынан жасалған бұйымдар сынауы;
- ГОСТ 14849 – макарон бұйымдар сынауы;
- ГОСТ 976 – маргарин, май және өңделген өнімдер сынаулары;
- ГОСТ 7269; ГОСТ 9792; ГОСТ 7702.0 т.б. – ет және ет өнімдер сынауы;
- ГОСТ 7631 т.б. – балық және оның өңделген өнімдерінің сынаулары;
- ГОСТ 5471 - өсімдік майлары сынаулары;
- ГОСТ 30004.2 – майонездер және т.б. сынаулар

8.2 Аспаптар мен электродтарды жұмысқа дайындау

Полярографты, вольтамперметрлік талдауышты, өздігінен жазатынды, сандық вольтметрді немесе компьютерді тексеру мен дайындауды, сәйкес аспапты техникалық сипаттау және пайдалану бойынша нұсқамаға сәйкес жүргізеді.

Электродтарды дайындауды 8.5.тарауға сәйкес жүргізеді.

8.3 Зертханалық ыдысты дайындау

8.3.1 Химиялық зертханалық шыны ыдысты, мөлшерлегіштердің ауысымдағы ұштықтарын, пипеткаларды және т.б. екі әдістің біреуімен дайындайды:

а) натрийдің қоскөмірқышқылының 10 % ерітіндісімен шаяды, одан соң азот қышқылымен және екі рет тазартылған сумен шаяды. Кварцті стақандарды қосымша, 5-10 минутқа қосылған күкірт қышқылында (1:1) қайнатады және 5-10 минутқа 500 - 600 °С температуралы муфелді пеште теседі. Ауысымды кварцті стақаншаларды эксикаторда сақтайды.

б) Химиялық шыны ыдысты, бірнеше сағат ішінде натрий

гидрототығының 10% сулы ерітіндісімен майсыздандырады және екі рет тазартылған сумен шаяды. Азот қышқылының 1,0 моль/дм^3 жалпы концентрациялық ерітіндісінде жуады және екі рет тазартылған сумен шаяды. Одан соң ыдысты концентрацияланған күкірт қышқылымен өңдеп, екі рет тазартылған сумен жуады.

Шыны стақанды (электролизер) талдауды жүргізіп болғаннан кейін концентрацияланған күкірт қышқылымен өңдейді және екі рет тазартылған сумен жуады. Шыны стақан (электролизер) мен электродтарды (индикаторлы, қосалқы, салыстыру) қолданар алдында екі рет тазартылған сумен шаяды, 0,1 моль/дм^3 жалпы концентрациялы тұз қышқылының ерітіндісінде 2-3 минуттай ұстап тұрады, одан кейін екі рет тазартылған сумен тағы да шаяды.

8.3.2 Фарфорлы тигелдерді жәй жуғаннан кейін азот қышқылының ыстық ерітіндісінде өңдейді, одан кейін ағында сумен жуады және бірнеше рет тазартылған сумен шаяды, артынан екі рет тазартылған сумен шаяды..

8.4 Ерітінділерді дайындау

8.4.1 Фонды ерітінділерді дайындау

ИВ-өлшемдерінің түрлі әдістерінде фонды ерітінді ретінде (10 тарауға сәйкес) түрлі электролиттерді қолданады. Фонды ерітінділер 6 ай аралығында тұрақты. Оларды мына әдістердің біреуімен дайындайды:

8.4.1.1 9.1 бойынша 1 әдіспен сынауларды дайындауды және ИВ-өлшемдерін индикаторлы сынапты-қабыршақты электродпен жүргізуде (10.1 бойынша I әдіс).

Құмырсқа қышқылының ерітіндісі (ультракүлгінді (УК) сынауларға сәуле түсіру анализаторларын қолдану арқылы) тікелей ИВ-өлшемдерін жүргізу үрдісінде дайындалады. Бұл үшін, ИВ-өлшемдері үшін кварцті стақандарға 10,0 см^3 екі рет тазартылған суды және (0,04 - 0,10) см^3 концентрацияланған құмырсқа қышқылын орналастырады.

0,1 моль/дм^3 жалпы концентрациялы калий хлоридінің ерітіндісі (сүт және сүт өнімдері сынауларын талдау үшін)

Аналитикалық таразыда (0,746±0,001) г калий хлоридінің нақты мөлшерін алады, 100,0 см^3 сыйымдылықты өлшегіш шыны сауыттарға ауыстырады және ерітінді көлемін тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

0,1 моль/дм^3 жалпы концентрациялы калий хлоридінің ерітіндісі (қатты тағамдардың сынауларын талдау үшін)

100,0 см^3 сыйымдылықты өлшегіш шыны сауытқа 1,0 см^3 концентрацияланған тұз қышқылын (ө.т.) салады және ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

8.4.1.2 9.2 бойынша II әдіспен сынауларды дайындауды жүргізу барысында және индикаторлы графиткұрамды электродты ИВ-өлшемдер (10.2 бойынша II әдіс).

3,5 моль/дм^3 жалпы концентрациялы хлорлы натрий ерітіндісі,

тұзқышқылы

100,0 $см^3$ сыйымдылықты шыны сауытқа өлшегіш цилиндр немесе бюретканың көмегімен 7,5 моль/$дм^3$ жалпы концентрациялы натрий гидрототығының 47,0 $см^3$ ерітіндісін, 1,19 г/$см^3$ тығыздықты 28,0 $см^3$ конценрацияланған тұз қышқылын (ө.т) және 20,0 $см^3$ екі рет тазартылған суды құяды. Ерітіндіні араластырады. Алынған ерітіндіні pH өлшейді және оның қышқылдығын pH=(5±1) дейін жеткізеді. Ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

Тұз қышқылды хлорлы натрий ерітіндісі: тұз қышқылы бойынша 0,04 моль/$дм^3$ және хлорлы натрий бойынша 0,14 моль/$дм^3$.

500,0 $см^3$ сыйымдылықты шыны сауытқа пипеткалар мен бюреткалардың көмегімен 1,0 моль/$дм^3$ жалпы концентрациялы 20,0 $см^3$ тұз қышқылының ерітіндісін (ө.т.) және 3,5 моль/$дм^3$.жалпы концентрациялы 20,0 $см^3$ хлорлы натрийдің тұз қышқылды ерітіндісін салады. Ерітінді көлемін шыны сауыттағы екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

1,0 мг/$см^3$.сынап ионының жалпы концентрациялы азот қышқылды сынаптың ерітіндісі.

Аналитикалық таразыларда, (0,1708±0,0002) г азотқышқылды сынапты химиялық стақанда таразылайды, 0,2 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылын жабыстырады және мөлшерлеп,100,0 $см^3$ сыйымдылықты өлшегіш шыны сауытқа ауыстырады. Ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді. Азот қышқылды сынап ерітіндісі 3 ай тұрақты.

8.4.1.3 9.3 бойынша III әдіспен сынау дайындауды жүргізуде және индикаторлы айналмалы дискті шыны көміртекті электродтың немесе ситалл электродының ИВ-өлшемдері (10.3 бойынша III әдісі).

Хлорлы калий ерітіндісі және азот қышқылды сынаптың тұз қышқылы: калий хлориді бойынша 3,3 моль/$дм^3$, азот қышқылды сынап бойынша 0,0005 моль/$дм^3$ және тұз қышқылы бойынша 0,005 моль/$дм^3$.

Аналитикалық таразыда (0,0428±0,0002) г азот қышқылды сынапты таразылайды, мөлшерлеп, 250,0 $см^3$ сыйымдылықты өлшегіш шыны сауытқа ауыстырады, пипетканың көмегімен 1,0 моль/$дм^3$,концентрациялы 10,0 $см^3$ тұз қышқылын (ө.т.), калий хлоридінің қанықкан ерітіндісімен белгіге дейін жеткізеді. Ерітіндіні мұқият араластырады.

8.4.2 Сынаудағы элементтер құрамын бағалау үшін қолданылатын аттестатталған қоспалар (АҚ).

8.4.3 Қосымша және қосалқы ерітінділер

8.4.3.1 100,0 мг/$дм^3$ құрамды мырыштың, кадмийдің, қорғасынның, мыстың аттестатталған қоспаларын (АҚ-0), мына әдістердің біреуімен дайындау керек:

а) 1,0 г/$дм^3$ аттестатталған элементтердің концентрациясымен ерітінді құрамды мемлекеттік стандарттық үлгілерден даярлайды:

- 50,0 $см^3$ сыйымдылықты өлшегіш шыны сауыттарға, өлшегіш

пипетканың көмегімен 5,0 $см^3$ стандартты үлгідегі мыс, кадмий, қорғасын және мырыш құрамын енгізеді (әр металды жеке сауыттарға) және көлемді екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

Стандартты үлгілерді қолдану бойынша нұсқаманы пайдалану қажет.

б) ГОСТ 4212 бойынша тұздардан металдарды дайындау (стандартты үлгілер жоқта): - аналитикалық таразыларда, 3 кестеде келтірілгендей сәйкес тұздардың нақты мөлшерін нақты 0,0002 г дейін таразылайды. 1000 $см^3$ сыйымдылықты өлшегіш шыны сауыттарға сәйкес металдардың нақты мөлшердегі тұздарын мөлшерлеп ауыстырады; өлшегіш пипетканың көмегімен, 3 кестеде келтірілген қажет концентрацияланған қышқылдың шамамен 300 $см^3$ екі рет тазартылған суды енгізеді, металл тұзының нақты мөлшерін ерітеді; шыны сауыттағы ерітінділерді екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

Мыс, кадмий, қорғасын, мырыш АС-0 иондарын дайындау қателігі 2 %, сыйымд. аспайды.

АС-0 барлық элементтер үшін 6 ай аралығында тұрақты.

8.4.2.2 10,0; 1,0 және 0,1 мг/$дм^3$ бойынша құрамды әр элементті АС-1, АС-2, АС-3 аттестатталған қоспаны, 4 кестеге сәйкес 0,01 моль/$дм^3$ жалпы концентрациялы 50,0 $см^3$ сыйымдылықты өлшегіш колбалардағы тұз қышқылын (ө.т.) қосып даярлайды

ҚР СТ 2.10 сәйкес дайындау процедурасы бойынша аттестатталған қоспалардың қателігін белгілейді.

8.4.3 Қосымша және қосалқы ерітінділер

8.4.3.1 Галлий ионының ерітіндісін (III) 1,0 мг/$см^3$ (II әдіс) мына әдістердің біреуімен дайындауға болады:

а) Аналитикалық таразыларда химиялық стақандармен (0,1430 ± 0,0002) г азот қышқылды галийді таразылайды және 10,0 $см^3$ араластырылған (1:10) азот қышқылында ерітеді. Алынған ерітіндіні 25,0 $см^3$.сыйымдылықты шыны сауытқа ауыстырады Ерітінді көлемін ерітілген азот қышқылымен (1:10) белгіге дейін жеткізеді.

б) Аналитикалық таразыларда химиялық стақандармен (0,100 ± 0,002) г ұнтақталған металдық галлийді таразылайды және (1:1) қосылған 4,0 $см^3$ тұз қышқылында ерітеді. Концентрацияланған азот қышқылының бірнеше тамшысын қосады және ылғалды тұзға дейін екі рет буландырады. Алынған концентратты 4,0 $см^3$ концентрацияланған тұз қышқылында ерітеді. Алынған ерітіндіні мөлшерлеп, 100,0 $см^3$ сыйымдылықты, жартылай екі рет тазартылған сумен толтырылған шыны сауытқа ауыстырады. Ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді.

Галлий ионының ерітіндісін 1,0 мг/$см^3$ 3 ай сақтайды.

8.4.3.2 0,1; 0,01 және 0,001 мг/$см^3$ (II әдіс) жалпы концентрациялы галлий ионының ерітіндісін әрі қарай 10, 100 және 1000 рет галлий ерітіндісінің (III) 1,0 мг/$см^3$ жалпы концентрациялы екі рет тазартылған

сумен ерітілуімен дайындалады..

Галлий ионының ерітіндісі 0,1 және 0,01 мг/см^3 3 күн сақталады.

Галлий ионының ерітіндісі 0,001 мг/см^3 1 күн сақталады.

8.4.3.3 Х.т. маркалы азот қышқылын 120 °С.температурада айдау керек. Айдалынып келінген азот қышқылы 10,0 моль/дм^3 көп емес концентрациялы болуы керек. Айдалынып келінген азот қышқылы 6 айдан көп емес кварцталған ыдыста сақталынуы керек.

8.5 Электродтарды дайындау.

8.5.1 Салыстыру электродтарын жұмысқа дайындау.

Салыстыру электродын хлорлы калий ерітіндісімен толтырып, тесігін тығынмен жауып, потенциалдың тепе-теңдік белгісін орнату үшін 48 сағат ұстайды.

8.5.2 Индикаторлы электродты жұмысқа дайындау.

ИВ-өлшемінің (10.1; 10.2; 10.3) қолданылатын әр әдісі үшін индикаторлы электродты дайындауды, (8.5.2.1; 8.5.2.2; 8.5.2.3) әдістердің біреуімен жүргізеді.

8.5.2.1 Индикаторлы сынапты-қабыршақты электродты дайындау.

Индикаторлы-қабыршақты электрод, диаметрі 0,8 мм, ұзындығы 5-7 мм, ауданы шамамен 0,2 см^3 күміс сыммен тығыздалған фторопластты серіппе. Электродты жұмысқа дайындау үшін, күміс бетіне қалыңдығы 10-20 мкм сынап қабыршағын жағады. Сынапты жағуды, электрод үстінің (күміс сым) жұмыс істейтін бөлігін 1-2 с. металлдық сынапқа батыру жолымен жүргізеді, ал одан соң күміске толық жағылуы үшін оны сүзгіш қағазбен сүртеді. Электродты екі рет тазартылған сумен жуады. Электродтың бетіне сынапты жағу процедурасын қажеттілікке байланысты қаталайды, мысалы, электрод бетінде ақаулардың пайда болуында.

Талдауды жүргізіп болған соң электродты екі рет тазартылған сумен жуады және екі рет тазартылған суы бар стақанда сақтайды.

Индикаторлы сынапты-қабыршақты электродты дайындауда, сынаппен жұмыс істеудегі техника қауіпсіздігін қадағалау қажет:

- металлдық сынапты (1,0 см^3 көп емес) қалың қабырғалы склянкада орналасқан су астындағы бюксте сақтау керек;
- сынаппен жұмыс істеу және оны сорып алатын шкафта сақтау керек;
- жинау құралдары мен сынапты бейтараптандыру қажет (амальгамдалған мыс пластинкасы, хлорлы темір ерітіндісі).

8.5.2.2 Индикаторлы графитті электродтың үстін дайындау

Жұмыс алдында күніне 1 рет электродтың дөңбек төселген бетін 40 мкм түйіршікті, тегістелген теріде, одан соң 20-28 мкм түйіршікті тегістелген, мата, эльборлы теріде өңдейді

Электродты одан кейін:

- екі рет тазартылған сумен шайып, сүзгіш қағазбен кептіреді;
- 2-3 мкм түйіршікті тегістелген мата теріде жылтыратады;

- екі рет тазартылған сумен жуып, жұмсақ қағаз майлықпен сүртеді;
- күлсізденген сүзгіде айнадай етіп жылтыратады. (көк лента);
- 0,1 моль/дм^3 жалпы концентрациялы тұз қышқылымен, одан кейін екі рет тазартылған сумен жуады.

Талдауды жүргізіп болғаннан кейін, келесі электродтың дөңбек төселген бетін ерітіндіге салуды, жоғарыда көрсетілген әдіс бойынша дайындайды.

8.5.2.3 Индикаторлы шыны көміртекті электродының үстіңгі бетін дайындау

Жұмыс алдында, күніне бір рет электродтың дөңбек төселген бетін этил спиртімен бүркелген сүзгіш қағазбен сүртеді.

Индикаторлы шыны көміртекті электродтың сезімталдығы төмендеген жағдайда:

- сынаптың өңделген қабыршағын алып тастайды;
- 2-3 мкм түйіршікті тегістелген мата эльборлы терідегі электродтың дөңбек төселген бетін жылтыратады;
- тазартылған сумен жуады;
- АСМ-2,3 алмаз пастасымен электродтың дөңбек бетін айнадай етіп жылтыратады;
- пастаның ізін кетіру үшін электродты этил спиртімен сүртеді;
- тазартылған сумен жуады.

Талдауды жүргізіп болғаннан кейін, келесі электродтың дөңбек төселген бетін ерітіндіге салар алдында, өңделген сынаптың қабыршағын алу үшін құрғақ сүзгіш қағазбен сүртіп, оны сынап тұздарына арналған қалдықтар жиынтығына орналастырады.

9 Сынауларды ИВ - өлшемдерге дайындау

Тамақ өнімдері мен өндірістік шикізаттардың сынауларын талдау үшін, бірыңғай уақытта екі жанама және бір шолақ (бақылау) сынауды немесе екі жанама және бір резервті сынауды қолданады.

Талданатын нысандардың сынауларын ИВ-өлшемдерге дайындау, талдау әдісіне байланысты (10.1-10.3) ұсынылған әдістердің (9.1-9.3) біреуімен жүргізіледі.

I әдіс бойынша сынауларды дайындау, азот қышқылын және құрғақ күлдеу алдындағы сутек пероксидін қосумен, бақылаудағы температуралық тәртіптемедегі электр пешіндегі тағамдар мен шикізат сынауларын жандыру жолымен органикалық заттардың толық бұзылуына негізделген. Күлдің бұзылуын екі рет тазартылған суда немесе тұз қышқылының ерітіндісінде жүргізеді (ө.т.). Әдіс, 1 кестеге сәйкес сынаулар көлемін немесе минималды нақты мөлшерді қолданып шикізат өнімдерінің барлық түріне арналған. Әдіс 9.1 ұсынылған.

Сынау дайындықтарының II және III әдістері, 1 кестеге сәйкес сынаулар көлемі немесе нақты мөлшерді қолдана отырып күл тұнбасын алумен ГОСТ 26929 бойынша минералдауды жүргізуге негізделген. Әрі қарай күл тұнбасының бұзылуы, тұз қышқылы (ө.т.) мен хлорлы натрий (II әдіс) қоспасында немесе тұз қышқылында (III әдіс) жүргізіледі. II әдіс осы стандарттың 9.2 ұсынылған, ал III әдіс 9.3 ұсынылған.

Сынаулардың қышқылдық бұзылуы үшін микротолқынды пештер немесе автоклавтарды қолдануға болады.

Көкөніс, жеміс шырындарын, шараптар, конъяктар, алкогольсыз сусындар сынауларын жедел-талдауда, алдын-ала ерітеді, қажет болған жағдайда центрифугалайды (тұнбаның барында), тұз және құмырсқа қышқылын қосады да, металдардың тұрақты емес жинақтарын бұзу үшін фотохимиялық өңдеумен аяқтайды.

9.1 I әдіс бойынша сынауларды дайындау

Сынауларды дайындау әдісі, тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат сынауындағы, темір ыдысқа салынған, сүрленген тамақ өнімдеріндегі қорғасынның жалпы концентрациясын анықтаудан басқа, кадмийдің, мыстың, мырыштың, қорғасынның жалпы концентрациясын анықтау үшін қолданылады.

Тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат сынауларын дайындау әдісі, минералдауды «сулы» және «құрғақ» күлдеу үйлесімділігі жолымен жүргізуге негізделген. Азот қышқылы мен сутек пероксидінің көмегімен «сулы» әдісін минералдау, органикалық матрицаны тиімді тотықтыруға жол береді, сонымен қатар, «құрғақ» минералдаудағы металл хлоридінің ұшып кетпеуінің алдын-алу үшін, ерітіндіден хлорид ионын алып тастау керек. Әдіс, нысанның барлық үш топтарына жарамды (1 кестеге қара).

Қатты тағамдарды (жарма, ет, балық және олардың өңделген өнімдері) талдау кезінде сынауларды алдын-ала гомогенизациялайды. Гомогенизация әдістері, сынауларды іріктеу әдісіндегі нормативтік құжаттарда көрсетілген (осы стандарттың 8.1 қара).

9.1.1 Барлық үш топтың тағамдарының сынауларын ИВ-өлшемге дайындау 15,0 - 20,0 $см^3$ сыйымдылықты таза кварцті фарфор стақанша немесе кварцті тигельге, I әдіс үшін 1кестеде келтірілген деректерге сәйкес үш топтың ішіндегі тағамдардың талданатын сынауының көлемін немесе нақты мөлшерді орналастырады. Сынаудың нақты мөлшерін 0,001 г дейін таразылайды; көлемді пипеткамен нақты 0,01 $см^3$ дейін өлшейді.

Сынаудың құрғақ нақты мөлшерін толық суланғанша екі рет тазартылған сумен сулайды.

Алкогольді және алкогольсыз сусындардың бастапқы көлемін, сынаудың шашырауына жол бермей, 100 - 130 °С температурада сусынның сынауын буландыру көмегімен 2-3 есе төмендетеді.

Одан әрі 2,5 - 3,0 $см^3$ айдалынып келінген азот қышқылын қосы

отырып сынауды өңдейді. Сынағы бар стақаншаны (тигель) сулы тұнбаға дейін 120 дан 150 °С дейінгі температурада электр плитада жылытады. 1,5 - 2,0 $см^3$ азот қышқылы мен 1,0 - 1,5 $см^3$ сутек пероксидін қосы отырып сынауды қайта өңдейді. Стақаншаны (тигель) (300±25) °С температурада муфельді пешке орнатып, бірте-бірте (0,5 - 1,0 с аралығында) температураны (450±25) °С жоғарылатады; 30 мин ұстайды. Күл пайда болған стақаншаны (тигель) муфелден алып тастайды.

Егер күлде көмір қоспалары болса, онда (0,5 $см^3$) сутек пероксиді қосылған (0,5 $см^3$) азот қышқылымен сынауды қайталайды. Сынауы бар стақаншаны қайтадан муфелді пешке орнатып 20-25 минут аралығында 450 °С температурада ұстайды. Астық үшін 500 °С минералдауға жол беріледі. Стақаншаны муфельден алып тастайды.

Егер күл біріңғай ақ, сұр немесе сарғылт түсті болса, күлі бар стақаншаны бөлме температурасына дейін салқындатады. 60-80° температураға дейінгі араластыру мен жылыту кезіндегі 6,0 моль/$дм^3$ концентрациялы 1,0 $см^3$ тұз қышқылында тұнбаны ерітеді. Сынауды 100-120° температурада ылғалды тұзға дейін буландырады (қатты кептірмейді) және 10,0 $см^3$ екі рет тазартылған су (сүттен басқа сұйық тағамдар талдауында) немесе фонды ерітінді (қатты және сүт тағамдары талдауында) қосады.

Алынған минерализаттан ($V_{мин}$ = 10,0 $см^3$) ИВ-өлшем үшін сәйкес көлемнің аликвотасы ($V_{ал}$) таңдап алынады. Аликвоты көлемі сынаудағы элемент құрамына тәуелді және 0,2 - 1,0 $см^3$ тең.

Алкогольді және алкогольсыз сусындарды талдау кезінде ИВ-өлшем үшін минерализаттың жалпы көлемі жиі алынады. Бұл жағдайда $V_{ал} = V_{мин.}$

9.1.2 Жедел талдауды жүргізу үшін нысандардың үшінші тобының сынауларын дайындау (коньяктар, жемістен жасалған мықты және жүзім шараптары, минералды сулар, спирт, арақ, шампан шараптары).

Бұл нысандардың сынауларын дайындау былай жүргізіледі:

Егер сынауда өлшем мен тұнба бар болса, сынауды мөлдір центрифуга алғанша центрифугалайды. Шампан шараптарын дегазирлейді.

Таза кварцті стақаншаға пипетканың көмегімен 10,0 $см^3$ екі рет тазартылған суды орнатады, талданатын сынауды 0,2 ден 1,0 $см^3$, дейінгі көлемде қосады және 0,05 - 0,1 $см^3$ құмырсқа қышқылын қосады. Бұл жағдайда $V_{мин} = V_{ал}$. Сынауы бар стақаншаны, органикалық заттарды құрту мақсатында УФ-өңдеуге жібереді.

Егер талдаудың алынған нәтижелері, сынаудағы элемент құрамы 0,3 ПДК асып кеткенін көрсетсе, онда 9.1. бойынша дайын сынауды қолдана отырып сынауды талдауды қайталау қажет.

9.2 II әдіс бойынша сынауларды дайындау

Талданатын нысандардың сынауын дайындауды (тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат) ГОСТ 26929 бойынша минералдау жолымен жүргізеді. Сынауды ерітіндіге аударуды өлшем күні жүргізеді. Мұнда ИВ-өлшемдерге

ерітіндіні осы бір әдістердің біреуімен дайындайды:

9.2.1 Тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат сынауларының сыналатын ерітінділерін, қорғасын, мыс, кадмий, сынап құрамын талдауға дайындау (темір ыдысқа бөлшектеніп салынған сүрленген тамақ өнімдеріндегі қорғасынның құрамын анықтаудан басқа)

ГОСТ 26929 бойынша сынауларды минералдаудан кейінгі бөлме температурасына дейінгі салқындатылып алынған ақ-сұр түсті құрғақ күлге 6,0 моль/дм³ жалпы концентрациялы 1,0 см³ тұз қышқылын құяды. Сынау толық ерігенге дейін суспензияны шыны таяқшамен араластырады және фарфорлы тостағанда 5-15 минут аралығында ұстайды. Одан әрі ерітіндіні мөлшерлеп 50,0 см³ сыйымдылықты өлшегіш шыны сауытқа ауыстырады, 3,5 моль/дм³ жалпы концентрациялы 2,0 см³ натрий хлоридінің ерітіндісін қосады және шамамен 45,0 см³ көлеміне дейін екі рет тазартылған сумен сұйылтады. Универсалды индикаторлы қағаздың көмегімен ерітіндінің алынған pH деңгейін өлшеп, тұз қышқылының сұйытылған ерітіндісін немесе натрий гидрототығын құя отырып, оның қышқылдылығын pH дейін жеткізеді. Ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен шыны сауыттағы белгіге дейін жеткізеді. Ерітілген сынауды 8-10 сағат аралығында сақтайды.

9.2.2 Қайнатылған тұз талдауы

Қайнатылған тұзды талдау кезінде сынауды минералдау жүргізілмейді.

Аналитикалық таразыларда, химиялық стақанмен (1,000 ±0,002) г қайнатылған тұзды өлшейді, нақты өлшемді екі рет тазартылған суда ерітеді. Ерітіндіні мөлшерлеп, 50,0 см³ сыйымдылықты өлшегіш шыны сауытқа ауыстырып, 1,0 моль/дм³ жалпы концентрациялы 2,0 см³ тұз қышқылын қосады, екі рет тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді және мұқият араластырады

9.2.3 Темір ыдысқа бөлшектеніп салынған сүрленген тамақ өнімдерінің сынау ерітінділеріндегі қорғасын құрамын талдауға дайындау.

ГОСТ 26929 бойынша сынауларды минералдаудан кейінгі бөлме температурасына дейінгі салқындатылып алынған ақ-сұр түсті құрғақ күлді фарфорлы тигельде сұйытылған (1:2) азот қышқылымен 5,0 см³ су моншасында жылыта отырып ерітеді. Ерітіндіні сулы тұзға дейін буландырады. Тигельдегі тұнбаға 2,0 см³ сұйытылған хлор қышқылын (1:1) қосады және 5 минут аралығында су моншасында жылытады. Ерітіндіні салқындатып, мөлшерлеп 50,0 см³ сыйымдылықты шыны сауытқа ауыстырып, 10,0 см³ сұйытылған хлор қышқылын (1:1) қосады. Ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен шыны сауыттағы белгіге дейін жеткізеді. Ерітілген сынауды 8 сағат аралығында сақтайды..

9.3 III әдісі бойынша сынауларды дайындау

Кадмий, мыс, қорғасын, мырыш иондарының концентрациясын анықтауды талдау үшін шикізат пен тамақ өнімдерінің сынауларын дайындауды ГОСТ 26929 бойынша құрғақ минералдау әдісімен жүргізеді

(темір ыдысқа бөлшектеніп салынған сүрленген тамақ өнімдеріндегі қорғасынның құрамын анықтаудан басқа).

Алынған күлді 0,4 моль/дм^3 жалпы концентрациялы тұз қышқылының минималды көлемінде ерітеді, 25,0 см^3 сыйымдылықты шыны сауытқа ауыстырады, 2,5 см^3 фонды ерітіндіні қосады. Ерітінді көлемін екі рет тазартылған сумен шыны сауыттағы белгіге дейін жеткізеді.

Электролизерге енгізілген сынаудың аликвота көлемі төменде көрсетілген:

- 2,0 см^3 жемістер, көкөністер және олардың өңделген өнімдері;
- 2,0 см^3 Cd және Pb үшін; 0,1 см^3 Cu ет және оның өңделген өнімдері үшін;
- 2,0 см^3 жұмыртқа, желатин, астық және оның өңделген өнімдері;
- 5,0 см^3 майлар, балық және өңделген өнімдер;
- 1,0 см^3 кондитерлік бұйымдар;
- 5,0 см^3 сүт және сүт өнімдері;
- 3,0 см^3 шарап жасау өнімдері.

9.4 Бақылау сынауын дайындау

Бақылау сынауын дайындауды 9.1-9.3 бойынша, орнына екі рет тазартылған суды қолдана отырып, талданатын нысанның сынауынсыз, сол көлемдегі сәйкес реактивтерді құя отырып жүргізеді.

10 Өлшемдерді жүргізу

Өндірістік шикізат пен тамақ өнімдеріндегі ИВ-өлшемге сынау дайындаудан кейінгі құрамындағы улы элементтерді талдау кезіндегі инверсті-вольтамперметрлік өлшемдерді, 10.1; 10.2 немесе 10.3 сәйкес (I, II, III) әдістерінің ішіндегі біреуі бойынша 7.1.1 көрсетілген түрлі индикаторлы электродты, аспапты қолданып жүргізеді.

Тікелей талданатын сынаулардың өлшемдерін орындаудың алдында электр химиялық ұяшықтарды тазалыққа тексеру сатысы бар.

Электр химиялық ұяшықтарды тазалыққа тексеру

Электр химиялық ұяшықтарды тазалыққа тексеруді (стақаншаларды, фонды ерітінді және электродты), нақты электр химиялық ұяшықтағы қолданыстағы фонды ерітіндімен стақанды екі рет тазартылған сумен және фонды электролитпен бірнеше рет шайғаннан кейінгі вольтамперограмма жолымен жүргізеді.

Реактивтер, электродтар, ыдыстың тазалығының қолайлы сапалары, ізделіп отырған шамалар анықтамасына арналған қосымша көрсетілген шарттардағы (4×10^{-9} А/мм аспабының сезімталдылығындағы 5 мм кем емес) нөлге тең немесе жақын фонды ерітіндідегі элементтердің аналитикалық дабылдары болғаны.

9.1 сәйкес I әдіс бойынша дайындалған ИВ-өлшемдер сынауларын 10.1

сәйкес ИВ-өлшем I әдіс бойынша; 9.2 сәйкес, II әдіс бойынша; 10.2 сәйкес, II әдісі бойынша; 9.3 сәйкес, III әдісі бойынша; 10.3 сәйкес, III әдісі бойынша жүргізеді. ИВ-өлшемдерінің әр әдісі жүйелілігімен және оны жүргізу шарттарымен, бақылау нормативтерімен ерекшеленеді (7 кестені қара).

10.1 Сынапты-қабыршақты электродты және универсалды полярографты немесе вольтамперметрлік анализаторларды қолданып өлшемдерді орындау (СТА, ТА-1 типті немесе ұқсас) I әдіс.

Аспаптар жұмысының келесі тәртіптемесі орнатылған:

- өлшемдердің екі электродты жүйесі;
- вольтамперограмманы тіркеудегі тұрақты токты немесе ауыспалы токты тәртіптеме
- элементтерді электр жинақтағышы үшін поляризациялаушы кернеу: минус 1,4 В;
- вольтамперограмманы тіркеудің бастапқы потенциалы: минус 1,2 В;
- оралымның соңғы кернеуі: плюс 0,05 В;
- потенциалдың сызықтық өзгеру жылдамдығы:50 ден 100 мВ/с дейін;
- вольтамперограмманы тіркеудегі аспаптың сезімталдылығы: 4×10^{-9} - 8×10^{-7} А/мм (талданатын сынаудағы элементтердің құрамына тәуелділігі);
- электролиз уақыты: 10 нан 180 дейін (анықталатын концентрациялардың диапазонына тәуелділігі).

Электрохимиялық ұяшықтарды тазалыққа тексеру.

10.1.1 Параллельді талданатын сынаулардың әрқайсысына және бірыңғай шарттағы бақылау сынауларына ИВ-өлшемдер жүргізеді.

Ол үшін фонды ерітіндісі бар стақанға өлшегіш пипеткамен 9.1.1 - 9.1.2 бойынша дайындалған талданатын сынаудың аликвотасын енгізеді. Талданатын ерітіндісі бар стақанды электрохимиялық ұяшыққа орнатады. Ерітіндіге индикаторлы электрод (катод) және салыстыру электродын (анод) салады. Аспапқа индикаторлы электрод пен салыстыру электродын қосады. Аспаптың сезімталдылығын және 3 кестеге сәйкес алдын-ала жинақтау уақытын орнатады. Инертті газдың өткізуі немесе 180-300 с аралығындағы талданатын ерітіндінің УФ-сәулеге түсіруін қосады.

Ерітіндіні араластырудағы берілген полярографтың сезімталдылығын 120 с аралығында минус 1,4 В жинақтау потенциалындағы дайындалған сынаудың ерітіндісінен элементтердің алдын-ала электр жинағыш үрдісін жүргізеді. Алдын-ала жинақтау аяқталғаннан кейін газды сөндіріп, 5-10 с кейін минус 1,2 ден плюс 0,05 В дейінгі потенциал диапазонындағы вольтамперограмманы тіркейді. Сонымен қатар, вольтамперограммада анықталатын элементтердің аналитикалық дабылдарын тіркейді, потенциалдағы максимум анод токтарын, (-0,90±0,05) В мыс үшін; (-0,60 ± 0,05) В кадмий үшін; (- 0,40 ± 0,05) В қорғасын үшін және (-0,10 ± 0,05) В мырыш үшін.

Егер вольтамперограммада элементтің аналитикалық дабылы (анод

шыңының ұзындығы) 200 мм асып кетсе, онда аспаптың сезімталдылығын немесе жинақтау уақытын төмендетеді. Егер элементтердің анод шыңдарының ұзындығы 5 мм кем болса, онда аспап сезімталдылығын немесе алдын-ала жинақтау уақытын ұлғайтады.

Барлық төрт элементтердің (Zn, Cd, Pb, Cu) аналитикалық дабылдарын тіркеуді бірыңғай жүргізеді, егер олар масштабты-үйлестіретін парақ пен компьютер экранының шегінен шықпаса. Кері жағдайда, аналитикалық дабылдарды тіркеуді және аналитикалық дабылдары төмен белгілерімен элементтердің жалпы концентрациясын анықтауды жүргізеді, әрі қарай аспап сезімталдылығын төмендетеді және қалған элементтер үшін операцияларды қайталайды.

Электр жинақтау және вольтамперограмманы тіркеу бойынша операцияларды таңдалған шарттарда үш рет қайталайды.

Талданатын ерітіндідегі анықталатын элементтердің анодтық шыңының биіктігін өлшейді.

Талданатын ерітіндісі бар стақаншаға пипетканың көмегімен элементтердің аттестатталған қопасын, вольтамперограммадағы сәйкес элементтердің анодтық шыңдарының биіктігі алғашқымен салыстырғанда екі есе ұлғаюы үшін енгізеді. Ұсынылатын АҚ қоспасының көлемі 5 кестеде келтірілген.

5 кесте – АҚ ұсынылатын қоспасы және тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат сынауларын талдаудағы вольтамперограмманы тіркеудегі аспап сезімталдылығы

Сыналатын ерітіндідегі элементтің жалпы концентрациясының диапазоны, мг/дм^3	Электролиз уақыты мин	Қоспаларға арналып қолданылатын, АС концентрациясы мг/дм^3	АС қоспаларының ұсынылатын көлемі, см^3	Аспаптың сезімталдылығы, А/мм
0,001 - 0,10	5 - 10	0,1	0,05 - 0,1	4×10^{-9} - 1×10^{-8}
0,05 - 1,0	3 - 5	1,0	0,05 - 0,1	1×10^{-8} - 4×10^{-7}
0,5 - 10,0	2 - 5	10,0	0,05 - 0,1	2×10^{-8} - 8×10^{-7}
5,0 - 30,0	0,5- 2	10,0 немесе 100,0	0,05 - 0,1	2×10^{-7} - 8×10^{-6}

Фонды ерітінді концентрациясы өзгеруінің алдын-алу үшін және талданатын сынаулардың сұйылу есебін болдырмау үшін қоспаларды аз көлемде енгізу керек.

Талданатын сынаудағы АҚ мысты, кадмийді, қорғасынды, мырышты үш-төрт рет тура сол жағдайда енгізілген қоспалармен талданатын сынаулар вольтамперограммасын тіркеуді және алдын-ала жинақтауды жүргізеді.

Анықталатын әр элементтің қоспасымен сынаудағы элементтердің анод шыңының биіктігін өлшейді.

Стақан ішіндегіні төгеді. Стақаншаны екі рет тазартылған сумен жуады.

Ұқсас операцияларды екінші параллель және бақылау үшін жүргізеді.

10.1.2 Бір элементтегі артық сынауды талдау кезіндегі ИВ-өлшемдер

Сынауда бір немесе екі элементтің болуы басқалардың құрамын жоғарылататыны тәжірибеде жиі кездеседі. Бұл жағдай вольтамперограммаларды тіркеген кезде байқалады, сынаудағы элементтің анодтық шыңының биіктігі басқа элементтердің анодтық шыңының биіктігінен он және де одан да көп асып кетуінен байқалады.

Егер Cd, Pb немесе Cu сол элементтердің құрамында болса, онда бірінші басқа элементтердің құрамындағы, олар үшін таңдалынып алынған өлшем дабылдарын бағалайды. Сонан соң өте жоғары концентрациялы осы элементтің АҚ қоспаларын қолдана отырып, аз уақытта жинақталған және аспаптың көп дөрекі сезімталдылығындағы артық элементтің құрамын бағалауды жүргізеді.

Сынаудағы Cd, Pb, Cu құрамымен салыстырғанда Zn мөлшерінің көп болуы тек қана электролиз уақыты мен аспаптың сезімталдылығын ғана өзгертпей, сонымен қатар электр жинақтағыш потенциалын да өзгертеді. Cd, Pb, Cu электр жинақтағышын минус 1,2 В, 120 - 300 с аралығында жүргізеді және бұл элементтердің құрамын қосу әдісі бойынша бағалайды. Сонан соң Zn электр жинақтағышын минус 1,4 В, 20 - 60 с аралығында жүргізеді және оның құрамын қосу әдісі бойынша бағалайды.

10.2 Графит құрамды электрод пен инверсті вольтамперметрлік талдауыштарды қолдана отырып өлшемдерді орындау. II әдіс.

Cu, Pb және Cd иондарының құрамын анықтауды сынаудың бір аликвоталық бөлігімен жүргізеді. Сынауды талдауды Cu (II) ионының құрамын анықтаудан бастайды. Жинақтағыш потенциалын ауыстырып қосқаннан кейін сынаудағы Pb (II) және Cd (II) ионының құрамын анықтайды. Zn (II) ионының құрамын анықтауды сынаудың басқа аликвоталық бөлігімен жүргізеді.

10.2.1 Cu (II) ионының құрамына ИВ-өлшемінің сынауы

Шыны стақаншаға (электролизер), 9.2.1 және 9.2.2 бойынша дайындалған 10,0 см³ сыналатын сынаудың ерітіндісін салады, 1,0 мг/см³ азот қышқылды концентрациялы 0,2 см³ сынап ерітіндісін қосады. Электролизерға индикаторлы электродты, салыстыру электродын және қосалқы электродты түсіреді. Өлшемдерді келесі жағдайларда жүргізеді.

- алдын-ала концентрациялау: минус 0,80 В потенциалында, 15 - 120 с аралығында араластырудағы және 15 с – ерітіндіні тыныштандыру;
- потенциалдың сызықтық айналымының жылдамдығы (туында тәртіптеме): 250 ден 450 мВ/с дейін;
- айналымның соңғы потенциалы: плюс 0,01 В.

Өлшем шарттарын талдауыштары пайдалану бойынша нұсқамаға

сәйкес беріледі.

Мыстың анодтық тогы максимумының потенциалы (- 0,10 ± 0,10) В тең.

Электр жинақтағышты жүргізуді, сынаудың вольтамперограммасын тіркеуді және АҚ элементі қосылған сынау тәртібін осы стандарттың 10.1 ұқсас жүргізеді.

10.2.2 Кадмий (II) және қорғасын (II) иондарының құрамына ИВ-өлшемдерін сынау

Сынаудағы мыстың құрамын анықтағаннан соң минус 0,8 В дан минус 1,2 В ға алдын-ала концентрацияланған потенциалды ауыстырып қосып оның құрамындағы кадмий (II) және қорғасын (II) ионын талдайды. Өлшемдерді сол жағдайларда жүргізеді.

Анодтық ток максимумының потенциалы мынаған тең: (-0,45±0,10) В қорғасын үшін;
(-0,60±0,10) В кадмий үшін.

10.2.3 Мырыш (II) ионының құрамына ИВ-өлшемдерін сынау

Өлшемді орындау алдында күлденген нақты мөлшерден дайындалған сыналатын сынау ерітіндісіндегі мыс (II) ионының құрамын анықтайды.

Стақаншаға – электролитикалық электролизер ұяшығына, 10,0 см³ сыйымдылықты пипетканың көмегімен 8,0 см³ фонды ерітіндіні орнатады (0,04 моль/дм³ тұз қышқылы (ө.т.)+ 0,14 моль/дм³ хлорлы натрий); сыналатын ерітіндідегі мыс құрамына байланысты 0,1-2,0 см³ сынаудың сыналатын ерітіндісі. 1,0 моль/дм³ концентрациялы 1,0-1,5 см³ сірке қышқылының ерітіндісін, 1,0 мг/см³ концентрациялы 0,2 см³ азот қышқылды сынап ерітіндісін және электролизердағы галлий (III) ионының концентрациясы 3-5 есе мыс (II) ионының концентрациясынан асып түсуі үшін 0,001; 0,01 немесе 0,1 мг/см³ концентрациялы галлий (III) ионының ерітінді көлемін қосады.

10.2.1 көрсетілген шарттармен өлшемдер жүргізеді. Мырыштың анодтық токының максимум потенциалы (-1,00±0,05) В тең.

Сынауды және АҚ элементті қоспа сынауды өлшеуді бірыңғай жағдайларда жүргізеді. Элемент құрамын қоспа әдісімен бағалайды.

10.2.4 Құрамында 0,5 мг/дм³ мысы бар сыналатын ерітіндінің ИВ-өлшемі

Сынауды өлшеуді оның құрамындағы мыс (II) ионын анықтаудан бастайды. Мыс ионының құрамын анықтауды 0,5 см³ тең сынаудың бірінші аликвоталық бөлігінен жүргізеді. Электролизерға 0,5 см³ сынаудың сыналатын ерітіндісін орнатады. 9,0 см³ фонды электролитті құяды (0,04 моль/дм³ тұз қышқылы + 0,14 моль/дм³ хлорлы натрий). 1,0 мг/см³ жалпы концентрациялы азот қышқылды сынаптың 0,2 см³ ерітіндісін қосады. Сынауды және АҚ элементті қоспалы сынауды өлшеуді жүргізеді.

Сынаудағы қорғасын (II) және кадмий (II) ионының құрамын 10 см³ тең сынаудың екінші аликвоталық бөлігімен анықтайды.

Сынаудағы мыс (II) ионының құрамын сынаудың үшінші аликвоталық бөлігімен жүргізеді.

10.2.5 Қаңылтыр ыдысқа бөлшектеніп салынған сүрленген тамақ өнімдеріндегі қорғасын құрамын өлшеуді орындау

Электролизерға 9.2.3 бойынша минералдаудан кейінгі ерітілген 10,0 $см^3$ сынауды және 1,0 $мг/см^3$ жалпы концентрациялы азот қышқылды сынаптың 0,2 $см^3$ ерітіндісін қосады. Минус 1,00 В потенциалындағы алдын-ала концентрациялауды жүргізеді. Қорғасынның (II) анодтық токының максимум потенциалы (-0,45±0,10) В тең.

10.3 Сериялы (ПУ-1 универсалды типі) немесе ұқсас полярографтың айналмалы дискті шыны көміртекті электродын пайдалана отырып өлшемдерді орындау. III әдіс.

Жұмыс алдында келесі аспаптардың жұмыс тәртібін орнату қажет:

- ток диапазоны : 5 тен 250 А дейін;
- полярография түрі: 3-электродты, квадратты толқынды модуляциялы ауыспалы-токты;
- демпфирлеу: 0,1;
- ауыспалы кернеу амплитудасы 30 мВ (түрлендіруге болады);
- оралым жылдамдығы: 30 дан 100 мВ/с дейін;
- жұмыс тәртібі: жинақтау;
- кідіру: 110 с (түрлендіруге болады);
- бастапқы кернеу: минус 1,00 В;
- оралым бағыты: плюс;
- оралым амплитудасы: 1,10 В;
- үздіксіз тәртіп; потенциалында: 0,3 дан 0,7 В дейін.

40-100 с аралығында, плюс 0,40 В шыны көміртекті электродтың беткі қабатын тазалау потенциалын орната отырып, жұмыс электродының беткі қабатын тазалайды.

Жинақтағыш потенциалын Zn, Pb, Cd анықтаудағы оралым амплиту дасымен 1,5 В және минус 1,40 В орнатады; немесе Zn, Pb, Cd анықтаудағы оралым амплитудасы 1,05 В және жинақтағыш потенциалы 0,95 В.

Өлшемдерді, айналмалы электродты қолдана отырып, осы стандарттың 10.1 ұқсас сериялы полярографты пайдалану бойынша нұсқамаға сәйкес жүргізеді. Бұл жағдайда талданатын сынау аликвотасы, құрамында 2,0 $см^3$ фонды электроды және 18,0 $см^3$ екі рет тазартылған суы бар ерітіндіге орнатылады. АҚ элементтерін қосу 6 кестеге сәйкес жүргізіледі.

6 кесте – III әдіс бойынша шикізат пен тамақ өнімдері сынауларын талдаудағы аттестатталатын қоспалардың ұсынылған қоспалары

Сыналатын ерітіндідегі талданатын құрам диапазоны, мкг/дм^3	Қоспаларға арналған АҚ концентрациясы, мг/дм^3	Қоспалардың ұсынылатын көлемі , см^3
КАДМИЙ		
0,10 бастап 1,00 дейін.	0,100	0,02 - 0,2
. 1,00 жоғ. « 10,0 «	1,00	0,02 - 0,2
« 10,0 « 500 «	Бастапқы сынауды екі рет тазартылған сумен 10-50 рет үйлестіру	
ҚОРҒАСЫН		
0,20 бастап 10,0 дейін	1,00	0,04 - 0,2
. 10,0 жоғ.« 30,0 «	5,00	0,05 - 0,2
« 30,0 « 80,0 «	10,0	0,1 - 0,2
« 80,0 « 500 «	Бастапқы сынауды екі рет тазартылған сумен 10-50 рет үйлестіру	
МЫС		
0,50 бастап 10,0 дейін	1,00	0,01 - 0,2
10,0 жоғ. « 500 «	Бастапқы сынауды екі рет тазартылған сумен 10-50 рет үйлестіру	
МЫРЫШ		
10,0 бастап 100 дейін	10,0	0,02 - 0,2
100 жоғ. « 1000 «	Бастапқы сынауды екі рет тазартылған сумен 10-100 рет үйлестіру	

11 Талдау нәтижелерін өңдеу және рәсімдеу

Вольтамперограмманы өңдеу процедурасындағы компьютермен бір жинақта вольтамперограммалық талдауыштарды пайдалануда және талдау нәтижесін есептеу бағдарламамен қамтамасыз етілген және оператордың қатысуынсыз автоматты тәртіпте жүргізіледі.

Өз бетінен жазғышпен бір жинақтағы сериялы полярограф және талдауыштарды қолдануда металл иондарын анықтайтын аналитикалық дабылдар өлшемдерінің нәтижелерін, және талданатын сынаудағы әр элементтің жалпы концентрациясының есебін өңдеу келесі тәртіпте жүргізіледі:

11.1 Максималды анодтық токтың шамаларын есептеу (аналитикалық дабылдар)

11.1.1 Анықталатын элемент үшін, бірінші вольтамперограмманы есептемей, сынаудың вольтамперограммасын 4 рет тіркеудегі алынған

аналитикалық дабылдардың үш белгісінің ішіндегі ортасын (h1) есептейді.

11.1.2 Нақты элемент үшін анодтық шыңның (h_1) орта биіктігі бойынша элементтің (I_1) анодтық тогының максималды белгісін мына формуламен есептейді

$$I_1 = h_1 \cdot \alpha \qquad (1)$$

мұнда I_1 – нақты сынаудағы элемент ионының максималды анодтық тогының белгісі, А;

h_1 – вольтамперограммадағы элементтің анодтық шыңының орта биіктігі, мм;

α – нақты шыңды тіркеудегі аспаптың сезімталдылығы, А/мм.

Мұндай элементтерді, элемент ионының аттестатталған қоспасы қосылып талданатын сынауды тіркеудегі вольтамперограмма үшін де жүргізеді

$$I_2 = h_2 \cdot \alpha\,, \qquad (2)$$

Мұнда 2 индексі АҚ қоспасымен сынаудағы элементтің аналитикалық дабылына жатады.

11.1.3 Егер сынаудың вольтамперограммасын тіркеу және АҚ қоспалы сынауын аспап сезімталдылығы және өздігінен жазуды өзгерусіз жүргізсе, онда 11.1.2 бойынша әрі қарай, шыңның тогының белгісінің орнына шыңның биіктік шамасын қолдана отырып операция жүргізбейді.

11.2 Сынаудағы элементтің жалпы концентрациясының есебі

11.2.1 Талданатын сынаудағы (X, мг/кг немесе мг/дм^3) әр элементтің жалпы концентрациясын мына формуламен есептейді

$$X = \left[\frac{I_1 \cdot C_д \cdot V_д}{(I_2 - I_1) \cdot V_{ал}} - X_{хол} \right] \cdot \frac{V_{мин}}{m}\,, \qquad (3)$$

мұнда X – талданатын сынаудағы нақты элементтің жалпы концентрациясы, мг/кг немесе мг/дм^3;

I_1 – талданатын сынаудағы вольтамперограммадағы элементтің максималды анодты тогының белгісі, А;

$C_д$ - талданатын сынауға, АҚ элемент ионының концентрациясынан жасалынатын қоспа, мг/дм^3;

$V_д$ – АҚ элементінің қоспасының көлемі, см^3;

I_2 - қоспалы сынауға арналған вольтамперограммадағы элементтің максималды анодты тогының белгісі , А;

$V_{ал}$ – ИВ-өлшемге арналып алынған минерализаттың аликвотасының көлемі, см^3;

$X_{хол}$ - бақылау сынауының ерітіндісіндегі элементтің жалпы концентрациясы, мг/дм^3;

$V_{мин}$ – күлденген сынаудан дайындалған минерализаттың жалпы көлемі, см^3;

m – талдауға арналып алынған сынаудың нақты мөлшер салмағы (г) немесе көлемі (см^3).

Есептеуді 11.1.1 - 11.2.1 бойынша параллельді талданатын екі сынаудың ішіндегі біреуі үшін жүргізеді. Мұнда X_1 және X_2 белгілерін алады.

11.2.2 Осылай екі параллельді анықтамалар бойынша жалпы концентрацияның екі белгісі X_1 және X_2 алынады. Әрі қарай сынаудың орта арифметикалық нәтижесін есептейді ($X_{ср}$), мг/кг немесе мг/дм^3:

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2} \qquad (4)$$

12.1 бойынша параллельді нәтижелерінің қанағаттанарлық ұқсастығындағы орта арифметикалық белгісін Xор талдау нәтижесіне жатқызады. Кері жағдайда, резервтегі сынауды қолдана отырып талдауды қайталайды.

11.3 Талдау нәтижесін ұсыну формасы

МХТ қолдануды қарастыратын құжаттардағы МХТ нәтижесін мына түрде ұсынады:

- талдау нәтижесі ($X_{ср}$, мг/кг немесе мг/дм^3),
- салыстырмалы қателік сипаттамасы (δ, %), Р = 0,95

немесе

- ($X_{ср} \pm \Delta$), Р=0,95,

мұнда $\Delta = \frac{\delta}{100} X_{ср}$ (5)

δ белгісі әр элемент, нысан, әдіс үшін 2 кестеде келтірілген.

Сынаудағы элемент құрамының белгісі $X_{ср}$ және абсолюттік қателігі Δ үтірден кейінгі белгілердің біркелкі сандарынан құрылуы керек.

Егер талдаудың алынған нәтижесі 1 кестеге сәйкес анықталатын жалпы концентрация диапазонының төменгі шекарасының аз белгісін құраса, онда екі жол бар:

- талдау хаттамасында нақты әдіс бойынша нақты элементтің анықталатын концентрациясы диапазонының төменгі шекарасына «аз» деген белгі қойылуы керек;
- қажет болған жағдайда (нақты нысандағы элементтің ПДК белгісімен талдау нәтижесінің жақындаған жағдайында), үлкен нақты мөлшерді (5 ретке

дейін), бастапқы сынау көлемін немесе сынаудың ИВ-өлшемге дайын аликвотасын қолдана отырып сынау талдауын қайталайды

12 Талдау нәтижелерінің дәлдігін бақылау

12.1 Ұқсастыққа жедел бақылау жүргізу алгоритмі

Ұқсастыққа жедел бақылауды, екі параллельді анықтаманың орта арифметикалық өлшемнің әр нәтижесін алуда жүргізеді. d ұқсастықтың жедел бақылау нормативімен сынауды талдаудағы алынған параллельді анықтамалардың (X_1 және X_2) екі нәтижесінің бөлінуін салыстыру жолымен жүргізеді.

Параллельді анықтамалар нәтижесінің ұқсастығы төмендегідей болса ғана, қанағаттанарлық болып есептеледі

$$|X_1 - X_2| \le d, \qquad (6)$$

мұнда $d = 0{,}01 \cdot d_{сал} \cdot X_{ор}$ ($X_{ор}$ – параллельді анықтамалардың екі нәтижесінің орта арифметикалық белгісі).

$d_{сал}$ белгілері 7 кестеде келтірілген.

Ұқсастық жедел бақылауының нормативі шектен шығып кеткен жағдайда талдауды қайталайды. Көрсетілген нормативтің шектен шығуы қайталанса, бақылаудың қанағаттанарлықсыз нәтижелерінің себептерін анықтайды, және оларды шеттетеді.

12.2 Жаңадан өндірудегі жедел бақылауды жүргізу алгоритмі

Жаңадан өндірудегі жедел бақылауды жұмыс сынауларын қолданумен жүргізеді. Жаңадан өндірудегі жедел бақылауды, $X(X_1;X_2)$, $\overline{X}$, $X'_{ор}$, $X''_{ор}$, D – жаңадан өндірудегі жедел бақылаудың нормативті әдісімен (түрлі операторлар, уақыт, аспаптар т.б.), түрлі жағдайларда алынған бір ғана сынаудағы компонент құрамын өлшеудің екі нәтижесінің теңдей айырмашылығы бақылау процедурасының нәтижесін салыстыру жолымен жүргізеді.

$$\left|X'_{ср} - X''_{ср}\right| \le D, \qquad (7)$$

мұнда $D = 0{,}01 \cdot D_{отн} \cdot \overline{X}$ ($\overline{X}$ - өлшем нәтижелерінің орта арифметикалық белгілері $X'_{ср}$ және $X''_{ср}$).

Dсал белгісі 7 кестеде келтірілген.

7 кесте – Талдау нәтижелерінің дәлдігін жедел бақылау нормативінің белгілері

ИВ-өлшем әдісі	Нысандар тобының нөмірі	Анықталатын элемент	Ұқсастыққа жедел бақылау нормативі $d_{сал}$, % (n=2 параллельді анықтамалардың екі нәтижесі үшін)	Жаңадан өндіруді жедел бақылау нормативі, $D_{сал}$, % (m = 2 өлшемнің екі нәтижесі үшін)	Қателіктің сыртқы жедел бақылау нормативі $К^{отн}_{P=0,95}$, % (P = 0,95)	Қателіктің ішкі зертханалық жедел бақылау нормативі $К^{отн}_{P=0,90}$, %
I	1	Cd	35	42	32	27
		Pb	39	47	35	29
		Cu	42	50	38	32
		Zn	36	44	33	28
	2	Cd	35	42	32	27
		Pb	46	55	40	34
		Cu	35	42	31	26
		Zn	32	39	29	24
	3	Cd	42	50	37	31
		Pb	32	39	29	24
		Cu	32	39	30	25
		Zn	39	47	35	29
II	1, 2, 3	Cd	46	55	42	35
		Pb	53	64	49	41
		Cu	39	47	38	32
		Zn	32	39	30	25
III	1,2,3	Cd	51	61	47	39
		Pb	46	55	43	36
		Cu	42	50	39	33
		Zn	44	53	42	35

Жаңадан өндірудегі жедел бақылаудың нормативі шектен шығып кеткен жағдайда экспериментті қайталайды. Көрсетілген нормативтің шектен шығуы қайталанса, бақылаудың қанағаттанарлықсыз нәтижелерінің себептерін анықтайды, және оларды шеттетеді.

12.3 Қателікке жедел бақылауды жүргізу алгоритмі

12.3.1 Бақылауға арналған үлгілерді қолданып дәлдікке жедел бақылау жүргізу алгоритмі

Дәлдікті жедел бақылауға арналған үлгілер, талданатын нысандар сынауларына құрамы бойынша барабар типтердің бекітілген мемлекеттік стандартты үлгілер болып табылады.

Мысалы - МСУ 7151-95 жануарлардан пайда болған ұн құрамы; МСУ 3169-85, МСУ 7069-93 картоп түйнегінің құрамы; МСУ 3171-85, МСУ 7071-93 бидай астығының құрамы; МСУ 7070-93 ұнтақ жарма құрамы; ГСО 8080-

94 сәбіз тамыржемісі; МСҮ 7165-95 ноқат астығының құрамы; МСҮ 7218-95 жоғары тазалықты спирттен жасалған арақ құрамы; МСҮ 7217-95 "Экстра" спиртінен жасалған арақ құрамы және т.б.

Ескерту – шетелдік стандарттық үлгілерді, ҚР СТ 2.79 бойынша қолданысқа кіруге рұқсат алу процедурасын жүргізуден кейін ғана қолдану керек..

Мемлекеттік стандарттық үлгілерінің аттестатталған белгілерінің қателігі МХТ нәтижелері қателіктерінің сипатталған үшінші бөлігінен аспауы керек.

Бақылауға арналған үлгілерді қолданып дәлдікке жедел бақылау жүргізудің алгоритмі, бақылауға арналған үлгілердегі *Хор*, дәлдіктің жедел бақылау нормативімен *К* оның аттестатталған белгісімен *С* аттестатталған сипаттамаларды бақылау өлшемінің нәтижесі арасындағы тең бақылау процедурасы нәтижесін салыстырудан тұрады.

Бақылау өлшемінің дәлдігі – X_{op}, және талдауды жүргізу шарттарын тұрақты және бақылау өлшемдерін жүргізу шарттарына сәйкес уақыт аралығында орындалған жұмыс сынауларының талдау нәтижелерінің дәлдігі төмендегідей көрсетілсе, қанағаттанарлық деп табылады

$$\left|X_{ср} - C\right| \le K, \qquad (8)$$

мұнда $K=0,01 \cdot K^{отн} \cdot C$ сенімділік мүмкіндігінің сәйкес белгілері үшін Р=0,90 немесе Р=0,95.

$K^{отн}$, белгілері 7 кестеде келтірілген.

Дәлдікті жедел бақылаудың нормативі шектен шығып кеткен жағдайда, бақылауға арналған басқа үлгілерді қолданып экспериментті қайталайды. Көрсетілген нормативтің шектен шығуы қайталанса, бақылаудың қанағаттанарлықсыз нәтижелерінің себептерін анықтайды, және оларды шеттетеді.

12.3.2 Қоспа әдісін қолданып дәлдікке жедел бақылау жүргізу алгоритмі

Қоспа әдісін қолданып дәлдікке жедел бақылау жүргізудің алгоритмі, *Хпд* қоспасымен сынауларды бақылау өлшемдері нәтижелері, *Хп* сынаулар және *С* қоспа белгілерімен, *Кд* қателікті жедел бақылау нормативінің арасындағы айырмашылыққа тең бақылау процедураларының нәтижелерін салыстырудан тұрады.

Қателіктің жедел бақылау нормативін ($K_Д$, мг/кг немесе мг/дм^3) мына формулалар бойынша есептейді:

- ішкі зертханалық бақылауды жүргізу кезінде (Р = 0,90)

$$K_Д = 0,84\sqrt{(\Delta x_п)^2 + (\Delta x_{пд})^2}; \qquad (9)$$

- сыртқа бақылауды жүргізу кезінде (Р=0,95)

$$K_Д = \sqrt{(\Delta x_n)^2 + (\Delta x_{nд})^2}\ , \qquad (10)$$

мұнда Δx_n, $\Delta x_{nд}$ - сынаудағы, қоспалы сынаудағы, сәйкес (мг/кг немесе мг/дм^3) анықталатын компоненттің құрамына сәйкес қателік сипаттамаларының белгілері (белгіні есептемей).

Δx_n және $\Delta x_{nд}$ белгілерін сынауға, қоспалы сынауға, сәйкеске арналған (5) формула бойынша анықтайды.

Бақылау өлшемінің дәлдігі және талдауды жүргізу шарттарын тұрақты және бақылау өлшемдерін жүргізу шарттарына сәйкес уақыт аралығында орындалған жұмыс сынауларының талдау нәтижелерінің дәлдігі төмендегідей көрсетілсе, қанағаттанарлық деп табылады

$$\left|X'_{nд} - X_n - C\right| \le K_Д\ , \qquad (10)$$

Дәлдікті жедел бақылаудың нормативі шектен шығып кеткен жағдайда, бақылауға арналған басқа сынауларды қолданып экспериментті қайталайды. Көрсетілген нормативтің шектен шығуы қайталанса, бақылаудың қанағаттанарлықсыз нәтижелерінің себептерін анықтайды, және оларды шеттетеді.

12.4 Бақылаудың қайталануын аналитикалық жұмыстардың қызметтегі жағдайын есептей отырып талдауларды жүргізетін зертхана орнатады.

А қосымшасы
(анықтамалық)

Библиография

[1] ТШ 4215-016-022.7703-98 Вольтамперметрлік анализатор. Техникалық шарттар

[2] ТШ 48-20-117-92 50 $см^3$ сыйымдылықты шыны көміртекті тигель. Техникалық шарттар

[3] ТШ 25-1819.0021-90 Механикалық секунд өлшегіштер

[4] ТШ 25-7410,003-86 pH-метр, pH-метр иономер. Техникалық шарттар

[5] ТШ 25-1173.103-84 Суды екі рет тазартуға арналған аспап. Техникалық шарттар

[6] ТШ 64-1.973-76 Тигельді қысқаштар. Техникалық шарттар

[7] ТШ 6-09-2878-84 Хлор қышқылы. Техникалық шарттар

[8] ТШ 6-09-1567-78 Сірке қышқылды натрий. Техникалық шарттар

[9] ТШ 6-09-473379 Галлий нитраты. Техникалық шарттар

[10] ТШ 6-09-04-8-84 Металл галлий. Техникалық шарттар

[11] ТШ 6-09-3678-74 Калий хлориді ө. т. Техникалық шарттар

[12] ТШ 6-09-1678-86 Күлсізденген сүзгіштер. Техникалық шарттар

[13] ТШ 2-036-0224450-014-89 Тегістелген мата эльборлы тері. Техникалық шарттар

[14] ТШ 2-037-150-86 Тегістелген мата алмазды тері. Техникалық шарттар

ӘОЖ 389:001.4:006.354 **МСЖ 67.040**

Түйінді сөздер: тағамдар, шикізат, тамақ өнімдері, өндірістік шикізат, талдау әдісі, инверсті-вольтамперметрлік талдау, улы элементтер, элементтер құрамы, кадмий, қорғасын, мыс, мырыш



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмий, свинец, медь и цинк)

СТ РК ГОСТ Р 51301 - 2005

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 11 ноября 2005 г. № 392

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст ГОСТ Р 51301-98 «Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)», с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики Республики Казахстан, которые выделены в тексте курсивом

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2010 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины, обозначения и сокращения	3
4	Сущность метода инверсионной вольтамперометрии	3
5	Характеристика погрешности результатов измерений	5
6	Требования к выполнению измерений	6
7	Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы	7
8	Подготовка к выполнению измерений	9
9	Подготовка проб к ИВ-измерениям	13
10	Проведение измерений	16
11	Обработка и оформление результатов измерений	20
12	Контроль точности результатов измерений	21
Приложение А	Библиография (справочное)	25

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ

Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмий, свинец, медь и цинк)

Дата введения 2006.07.01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пищевые и продовольственное сырье и устанавливает инверсионно-вольтамперометрические методы одновременного определения в них содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 2.1-2000 ГСИ РК. Термины и определения

СТ РК 2.10-2000 ГСИ РК. Смеси аттестованные. Порядок разработки, аттестации и применения

СТ РК 2.18-2003 ГСИ РК. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения

СТ РК 2.79-2004 ГСИ РК. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов зарубежного выпуска. Порядок допуска к применению. Основные положения

СТ РК 1174-2003 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 8.024-2002 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности

ГОСТ 8.025-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей

ГОСТ 8.395-80 Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-91 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны требования

ГОСТ 12.1.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 976-81 Маргарин, жиры кондитерские, хлебопекарные и кулинарные. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2156-76 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2405-88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4165-78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4174-77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212-76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4236-77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4456-75 Реактивы. Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4520-78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 4658-73 Ртуть. Технические условия

ГОСТ 5471-83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 5667-65 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определений органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 5848-73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269-79 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7631-85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, методы органолептической оценки качества. Методы отбора проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 7702.0-74 Мясо птицы. Методы отбора образцов. Органолептические методы оценки качества

ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9736-91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 9792-73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 10054-82 Шкурка шлифованная бумажная водостойкая. Технические условия.

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13861-89 (ИСО 2503-83) Редукторы для газоплазменной обработки. Общие технические условия

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14849-89 Изделия макаронные. Правила приемки и методы определения качества

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

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 17792-72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцевокислый. Технические условия

ГОСТ 21400-75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу

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

ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28165-89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29225-91 (ИСО 1775-75) Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний

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

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 30004.2-93 Майонезы. Правила приемки и методы испытаний

3 Термины, обозначения и сокращения

3.1 Термины, использованные в настоящем стандарте соответствуют СТ РК 2.1 и СТ РК 2.18.

3.2 В настоящем стандарте применяют следующие обозначения и сокращения:

ИВ - инверсионно-вольтамперометрический метод или инверсионная вольтамперометрия;

АС - аттестованная смесь;

ВА - вольтамперограмма;

УФ - ультрафиолетовое (облучение);

ГСО - государственный стандартный образец;

КХА – количественный химический анализ.

4 Сущность метода инверсионной вольтамперометрии

Количественный химический анализ (КХА) проб пищевых продуктов и продовольственного сырья на содержание токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка) основан на инверсионно-вольтамперометрическом (ИВ) методе определения массовых концентраций элементов в растворе подготовленной пробы.

Общая схема анализа проб методом ИВ представлена на рисунке 1.

Способы (I, II, III) подготовки проб к ИВ-измерениям приведены в разделе 9 настоящего стандарта. Объекты анализа условно разделены на группы: 1 - «твердые» продукты; 2 - молоко и молочные продукты; 3 - алкогольные и безалкогольные напитки.

Метод ИВ-измерений основан на способности элементов электрохимически осаждаться на индикаторном электроде из анализируемого раствора при задаваемом потенциале предельного диффузионного тока, а затем растворяться в процессе анодной поляризации при определенном потенциале, характерном для каждого элемента. Процесс электроосаждения элементов на индикаторном электроде проходит при заданном потенциале электролиза в течение заданного времени электролиза. Электрорастворение элементов с поверхности электрода проводят в режиме меняющегося потенциала (линейном или другом) при заданной

чувствительности прибора.

Регистрируемая вольтамперограмма содержит аналитические сигналы (максимальные анодные токи) определяемых элементов. Аналитический сигнал элемента прямо пропорционально зависит от концентрации определяемого элемента. Массовые концентрации элементов в испытуемом растворе пробы определяют по методу добавок аттестованных смесей АС определяемых элементов.

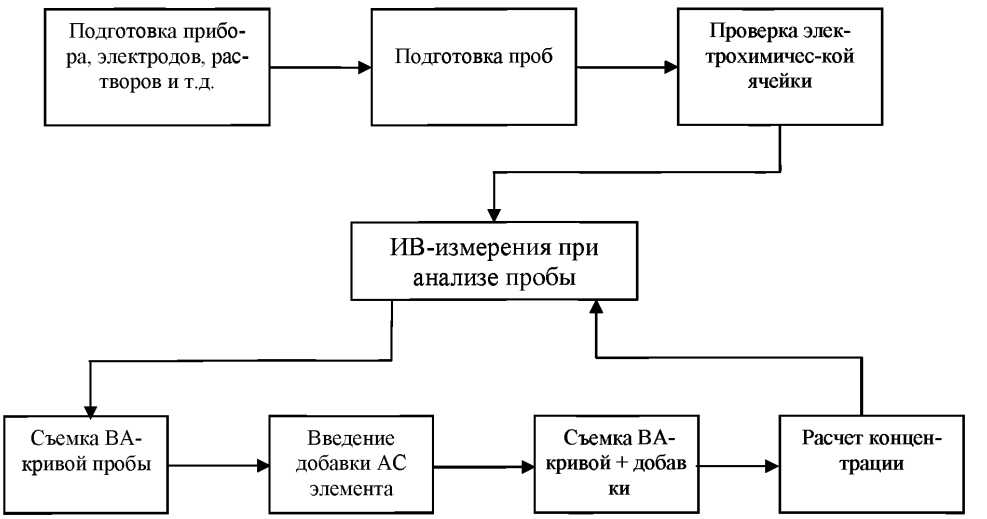

Рисунок 1 - Схема анализа проб методом инверсионной вольтамперометрии

Диапазоны определяемых массовых концентраций элементов и величины навесок или объемов для различных проб пищевых продуктов и продовольственного сырья приведены в таблице 1. Если содержание элементов в пробе выходит за верхние границы диапазонов определяемых концентраций, допускается разбавление (до 5 раз) подготовленной к ИВ-измерению пробы или взятие меньшей аликвоты для ИВ-измерения подготовленной пробы.

Таблица 1 - Диапазоны определяемых концентраций элементов и величины навесок (объемов) проб для различных видов пищевых продуктов и продовольственного сырья

Группа объекта	Объект анализа	Навеска, г или объем, $см^3$			Элемент	Диапазон определяемых массовых концентраций элемента, мг/кг или $мг/дм^3$		
		способ				способ		
		I	II	III		I	II	III
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Плоды, овощи и продукты их переработки	1 - 2	5	5	Cd	0,05 - 50	0,01 - 5,0	0,002 - 5,0
	Мясо, рыба, яйца и продукты их переработки	1 - 2	5	4 - 5	Pb	0,04 - 10	0,02 - 5,0	0,02 - 50
	Мука, крупа, зерно и продукты их переработки	2 - 4	5	2	Cu	0,05 - 30	0,2 - 100	0,6 - 200
	Хлеб, хлебобулочные и кондитерские изделия	2 - 4	5	5	Zn	1,0 - 100	2,5 - 250	1,0 - 400

	Чай, кофе, какао	2 - 4	5	5				

Окончание таблицы 1

Группа объекта	Объект анализа	Навеска, г или объем, $см^3$			Элемент	Диапазон определяемых массовых концентраций элемента, мг/кг или $мг/дм^3$		
		Способ				Способ		
		I	II	III		I	II	III
2	Молоко и молочные продукты	1 - 2	5	4	Cd	0,005 - 1,5	0,01 - 5,0	0,002 - 5,0
					Pb	0,02 - 2,0	0,02 - 5,0	0,02 - 50
					Cu	0,1 - 15	0,2 -100	0,6 - 200
					Zn	0,2 - 50	2,5 -250	1,0 - 400
3	Алкогольные и безалкогольные напитки	0,5 - 2	25	5	Cd	0,001 - 0,02	0,002 - 1,0	0,002 - 5,0
					Pb			0,02 - 50
					Cu	0,004 - 0,2	0,004 - 1,0	0,6 - 200
					Zn	0,002 - 2,0		1,0 - 400
						0,01 - 20	0,04 - 20	
							0,5 - 50	

5 Характеристика погрешности результатов измерений

Пределы относительной погрешности результатов определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка) в пробах пищевых продуктов и продовольственного сырья методами ИВ приведены в таблице 2.

При соблюдении всех регламентируемых условий и проведении измерений в точном соответствии с методикой анализа относительная погрешность (и ее составляющие) результатов анализа для всех диапазонов определяемых концентраций (содержаний) элементов при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2- Значения характеристики относительной погрешности и ее составляющих для каждого результата измерений (X, мг/кг или $мг/дм^3$) при доверительной вероятности P=0,95 для группы объектов

Способ подготовки пробы	Группа объекта	Наименование элемента и диапазон определяемых концентраций мг/ кг ($мг/дм^3$)	Значение относительной погрешности и ее составляющих, %		
			$\pm\delta$	$\sigma(\delta)$	$\pm\delta_c$
I	1	Кадмий от 0,05 до 50 включ.	32	15	12
		Свинец от 0,04 до 10 включ.	35	17	10
		Медь от 0,05 до 30 включ.	38	18	13
		Цинк от 1,0 до 100 включ.	33	16	10
	2	Кадмий от 0,005 до 1,5 включ.	32	15	12
		Свинец от 0,02 до 2,0 включ.	40	20	10
		Медь от 0,1 до 1,5 включ.	31	15	10

		Цинк от 0,2 до 50 включ.	29	14	10

Окончание таблицы 2

Способ подготовки пробы	Группа объекта	Наименование элемента и диапазон определяемых концентраций мг/ кг (мг/дм^3)	Значение относительной погрешности и ее составляющих, %		
			$\pm\delta$	$\overset{\circ}{\sigma}(\delta)$	$\pm\delta_c$
	3	Кадмий от 0,001 до 0,02 включ.	37	18	10
		Свинец от 0,004 до 0,2 включ.	29	14	10
		Медь от 0,002 до 2,0 включ.	30	14	12
		Цинк от 0,01 до 20 включ.	35	17	10
II	1, 2, 3	Кадмий от 0,002 до 5,0 включ.	42	20	16
		Свинец от 0,004 до 5,0 включ.	49	23	19
		Медь от 0,04 до 100 включ.	38	17	18
		Цинк от 0,5 до 250 включ.	30	14	12
III	1, 2, 3	Кадмий от 0,002 до 5,0 включ.	47	22	18
		Свинец от 0,02 до 50 включ.	43	20	18
		Медь от 0,6 до 200 включ.	39	18	16
		Цинк от 1,0 до 400 включ.	42	19	20

Примечания

$\pm\delta$ - характеристика относительной погрешности, т.е. границы интервала, в котором относительная погрешность находится с заданной вероятностью;

$\overset{\circ}{\sigma}(\delta)$ - характеристика относительной случайной составляющей погрешности, т.е. среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности;

$\pm\delta_c$ - характеристика относительной систематической составляющей погрешности, т.е. границы интервала, в котором относительная составляющая погрешности находится с заданной вероятностью.

6 Требования к выполнению измерений

6.1 Условия безопасного проведения работ

6.1.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.005.

6.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

6.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009 и СТ РК 1174.

6.2 Требования к квалификации операторов

Измерения может проводить химик-аналитик, владеющий техникой вольтамперометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации, используемой аппаратуры.

6.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводят в нормальных лабораторных условиях по ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха (25±10) °С;
- атмосферное давление (97±10) кПа;
- относительная влажность (65±15) %;
- частота переменного тока (50±5) Гц;
- напряжение в сети (220±10) В.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

При выполнении измерений и проведении количественного химического анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, материалы и реактивы:

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1.1 Анализатор вольтамперометрический АВА-1, АВА-2, ТА-1, ТА-2, ХАН-2 [1].

7.1.2 Ячейка электролитическая, в состав которой входят:

- сменные стаканчики-электролизеры из кварцевого стекла вместимостью (15-20) $см^3$;
- электрод индикаторный: ртутно-пленочный на серебряной подложке с толщиной пленки ртути (10-20) мкм и рабочей поверхностью (0,03 - 0,2) $см^3$ или графитсодержащий, или вращающийся дисковый стеклоуглеродный электрод или электрод из углеситала;
- электрод сравнения: хлорсеребряный с сопротивлением не более 3,0 кОм или хлорсеребряный насыщенный эталонный 2-го разряда по ГОСТ 17792;
- электрод вспомогательный: стержень из стеклоуглерода диаметром (0,2 - 0,5) см или тигель стеклоуглеродный вместимостью 50 $см^3$ [2], который выполняет функции электролизера.

7.1.3 Редуктор по ГОСТ 13861 с манометром (25,0±0,1) МПа по ГОСТ 2405 (способ I) или магнитная мешалка (способ II).

7.1.4 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более ± 0,2 мг.

7.1.5 pH-метр с диапозоном измерения от 0 до 14 pH и пределом допустимой абсолютной погрешности ±0,01 до 0,5 pH.

7.1.6 Ареометр общего назначения с диапозоном измерения от 1,140 до 1,210 г/$см^3$ с пределом абсолютной погрешности ±5·10^{-3} г/$см^3$.

7.1.7 Секундомер СОСпр-6а-1-000 [3].

7.1.8. pH-метр тип pH-150, pH-метр-иономер тип pX-150 МП [4].

7.1.9 Шланги полиэтиленовые или резиновые для подвода инертного газа к ячейке (способ I).

7.1.10 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

7.1.11 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 до 150 °С с погрешностью ±5 °С.

7.1.12 Муфельная печь типа ПМ-8 или МР-64-02-15 по ГОСТ 9736 или электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 до 600 °С с погрешностью ±25 °С.

7.1.13 Центрифуга лабораторная марки ОПн-8.

7.1.14 Аппарат для бидистилляции воды (стеклянный) по ГОСТ 28165 или [5].

7.1.15 Выпарительная чашка № 3 вместимостью 100,0 $см^3$ по ГОСТ 29225 (способ П).

7.1.16 Щипцы тигельные [6].

7.1.17 Линейка чертежная мерительная по ГОСТ 17435.

7.1.18 Бумага масштабно-координатная.

7.1.19 Бумага универсальная индикаторная.

7.2 Посуда

7.2.1 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ по ГОСТ 29227 или ГОСТ 29228.

7.2.2 Посуда мерная лабораторная стеклянная с притертыми пробками 2-го класса точности по ГОСТ 1770: колбы наливные вместимостью 25,0, 50,0; 100,0, 500 и 1000 $см^3$; цилиндры вместимостью 50,0, 10,0 $см^3$ и пробирки мерные вместимостью 10,0; 15,0 $см^3$.

7.2.3 Тигли или чаши фарфоровые лабораторные вместимостью (20-30) $см^3$ по

ГОСТ 29225 или чашки или тигли кварцевые вместимостью (20 – 50) $см^3$ по ГОСТ 19908.

7.2.4 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.2.5 Эксикатор по ГОСТ 25336.

7.2.6 Поверочные жидкости по ГОСТ 8.024, ГОСТ 8.025.

7.2.7 Аттестованные смеси:

- АС-27 (с погрешностью аттестуемого значения 0,003 мг/$см^3$).
- АС-28 (с погрешностью аттестуемого значения 0,001 мг/$см^3$).
- АС-29 (с погрешностью аттестуемого значения 0,003 мг/$см^3$).
- АС-31 (с погрешностью аттестуемого значения 0,003 мг/$см^3$).

7.3 Реактивы и материалы

7.3.1 Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов цинка, кадмия, свинца и меди ГСО 7012, 1013, 7014, 7098, 7099, 8000, 7255, 7256 с погрешностью не более ±1 %, отн., при P = 0,95. Концентрация элемента в стандартном образце должна быть не менее 0,1 мг/$см^3$ и не более 10,0 мг/$см^3$.

7.3.2 Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174.

7.3.3 Кадмий сернокислый 8/3 водный по ГОСТ 4456.

7.3.4 Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

7.3.5 Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

7.3.6 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 14262 ос.ч. или по ГОСТ 4204 х.ч.,

7.3.7 Кислота муравьиная по ГОСТ 5848 х.ч. (способ I).

7.3.8 Кислота соляная по ГОСТ 14261 ос.ч. или по ГОСТ 3118 х.ч.

7.3.9 Кислота азотная по ГОСТ 11125 ос.ч. или по ГОСТ 4461 х.ч.

7.3.10 Кислота хлорная х.ч. [7].

7.3.11 Пероксид водорода по ГОСТ 10929.

7.3.12 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 х.ч.,

7.3.13 Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156-76.

7.3.14 Ртуть азотнокислая 1-водная $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ по ГОСТ 4520 х.ч. (способ II).

7.3.15 Натрий уксуснокислый 3-водный [8] (способ II).

7.3.16 Галлий азотнокислый 8-водный ($Ga(NO_3)_3 \cdot 8H_2O$ [9] ос.ч., либо галлий металлический [10] (способ II).

7.3.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная в присутствии серной кислоты (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 3,0 $см^3$ 3%-ного раствора калия марганцовокислого на 1,0 $дм^3$ воды) – бидистиллированная вода.

7.3.18 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

7.3.19 Ртуть металлическая по ГОСТ 4658 (способ I).

7.3.20 Азот газообразный по ГОСТ 9293 ос.ч. или другой инертный газ массовой долей кислорода не более 0,03 % (способ I).

7.3.21 Калия хлорид ос.ч. [11].

7.3.22 Спирт этиловый высшей очистки по ГОСТ 18300 (способ II).

7.3.23 Бумага индикаторная универсальная pH 1-14.

7.3.24 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтрыобеззоленные (синяя лента) [12].

7.3.25 Шкурка шлифованная бумажная водостойкая зернистостью 40 мкм (М 40) по ГОСТ 10054.

7.3.26 Шкурка шлифованная тканевая эльборовая с зернистостью 20 - 28 мкм (ЛМ 28/20) [13].

7.3.27 Шкурка шлифованная тканевая алмазная с зернистостью 2-3 мкм (ЛМЗ/2) [14].

Все реактивы должны быть квалификации ос.ч. или х.ч.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, материалы, реактивы, позволяющие обеспечить точность результатов измерений,

указанную в настоящем стандарте.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Отбор проб

Отбор проб продовольственного сырья и пищевых продуктов на анализ проводят в соответствии с настоящим стандартом или другим нормативным документом, регламентирующим отбор проб конкретных видов и типов продовольственного сырья и пищевых продуктов по:

- ГОСТ 26809 - для молока и молочных продуктов;
- ГОСТ 13586.3, ГОСТ 27668 - для зерна и продуктов его переработки;
- ГОСТ 5667 - для хлеба и хлебобулочных изделий;
- ГОСТ 14849 - для макаронных изделий;
- ГОСТ 976 - для маргарина, жира и продуктов переработки;
- ГОСТ 7269; ГОСТ 9792; ГОСТ 7702.0 и др. - для мяса и мясных продуктов;
- ГОСТ 7631 и др. - для рыбы и продуктов их переработки;
- ГОСТ 5471 - для растительных масел;
- ГОСТ 30004.2 - для майонезов и др.

8.2 Подготовка приборов и электродов к работе

Подготовку вольтамперометрического анализаторов, самописца, цифрового вольтметра или компьютера проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и по техническому описанию соответствующего прибора.

Подготовку электродов проводят согласно разделу 8.5.

8.3 Подготовка лабораторной посуды

8.3.1 Химическую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки и др. готовят одним из двух способов:

а) промывают 10 % раствором натрия двууглекислого, а затем азотной кислотой и бидистиллированной водой. Кварцевые стаканчики дополнительно кипятят в разбавленной (1:1) серной кислоте в течение (5-10) мин и прокаливают в муфельной печи при температуре (500 – 600) °С в течение (5-10) мин. Сменные кварцевые стаканчики хранят в эксикаторе.

б) Стеклянную химическую посуду обезжиривают 10 % водным раствором гидроксида натрия в течение нескольких часов и ополаскивают бидистиллированной водой. Промывают в растворе с массовой концентрацией 1,0 моль/дм^3 азотной кислоты и ополаскивают бидистиллированной водой. Затем посуду обрабатывают концентрированной серной кислотой и промывают бидистиллированной водой.

Стеклянный стакан (электролизер) после проведения анализа обрабатывают концентрированной серной кислотой и промывают бидистиллированной водой. Стеклянный стакан (электролизер) и электроды (индикаторный, вспомогательный, сравнения) перед использованием ополаскивают бидистиллированной водой, выдерживают в растворе соляной кислоты с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3 в течение (2-3) мин и вновь ополаскивают бидистиллированной водой.

8.3.2 Фарфоровые тигли (чаши) после обычной мойки обрабатывают горячим раствором азотной кислоты, затем промывают водопроводной и многократно ополаскивают дистиллированной водой, затем бидистиллированной водой.

8.4 Приготовление растворов

8.4.1 Приготовление фоновых растворов

В качестве фоновых растворов в разных методах ИВ-измерений (согласно разделу 10) используют различные электролиты. Фоновые растворы устойчивы в течение 6 месяцев. Их приготовление проводят по одному из способов:

8.4.1.1 При проведении пробоподготовки по способу I по 9.1 и ИВ-измерений с индикаторным ртутно-пленочным электродом (метод I по 10.1).

Раствор муравьиной кислоты (при использовании анализаторов с ультрафиолетовым (УФ) - облучением пробы)

Готовится непосредственно в процессе проведения ИВ-измерений. Для этого в кварцевый стаканчик для ИВ-измерений помещают 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды и (0,04 - 0,10) $см^3$ концентрированной муравьиной кислоты.

Раствор хлорида калия массовой концентрации 0,1 моль/дм3 (для анализа проб молока и молочных продуктов)

На аналитических весах берут навеску (0,746±0,001) г хлорида калия, переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор соляной кислоты массовой концентрации 0,1 моль/дм3 (для анализа твердых продуктов)

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ помещают 1,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (ос.ч.) и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

8.4.1.2 При проведении пробоподготовки по способу II по 9.2 и ИВ-измерений с индикаторным графитсодержащим электродом (метод II по 10.2).

Раствор хлористого натрия массовой концентрации 3,5 моль/дм3 солянокислый

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ приливают с помощью мерного цилиндра или бюретки 47,0 $см^3$ раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 7,5 моль/$дм^3$, 28,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (ос.ч) плотностью 1,19 г/$см^3$ и 20,0 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор перемешивают. Измеряют pH полученного раствора и доводят его кислотность до pH=(5±1). Объем раствора доводят до метки бидистиллированной водой.

Раствор хлористого натрия солянокислый: 0,04 моль/дм3 по соляной кислоте и 0,14 моль/дм3 по натрию хлористому

В мерную колбу вместимостью 500,0 $см^3$ помещают с помощью пипеток или бюреток 20,0 $см^3$ раствора соляной кислоты (ос.ч.) массовой концентрации 1,0 моль/$дм^3$ и 20,0 $см^3$ солянокислого раствора хлористого натрия массовой концентрации 3,5 моль/$дм^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой.

Раствор азотнокислой ртути массовой концентрации ионов ртути 1,0 мг/см3.

На аналитических весах взвешивают в химическом стакане (0,1708±0,0002) г азотнокислой ртути, приливают 0,2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$. Объем раствора доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор азотнокислой ртути устойчив в течение 3 месяцев.

8.4.1.3 При проведении пробоподготовки по способу III по 9.3 и ИВ-измерений с индикаторным вращающимся дисковым стеклоуглеродным электродом или электродом из ситалла (метод III по 10.3).

Раствор хлористого калия и азотнокислой ртути солянокислый: 3,3 моль/дм3 по хлориду калия, 0,0005 моль/дм3 по азотнокислой ртути и 0,005 моль/дм3 по соляной кислоте.

На аналитических весах взвешивают (0,0428±0,0002) г азотнокислой ртути, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250,0 $см^3$, добавляют с помощью пипетки 10,0 $см^3$ соляной кислоты (ос.ч.) концентрации 1,0 моль/$дм^3$, доводят до метки насыщенным раствором хлорида калия. Раствор тщательно перемешивают.

8.4.2 Аттестованные смеси (АС-27, АС-28, АС-29, АС-31) используются для оценки содержания элементов цинка, кадмия, свинца и меди, в пробе.

8.4.3 Дополнительные и вспомогательные растворы

8.4.3.1 Раствор ионов галлия (III) 1,0 мг/$см^3$ (метод II) можно готовить по одному из способов:

а) В химическом стакане взвешивают на аналитических весах (0,1430±0,0002) г азот-

нокислого галлия и растворяют в 10,0 $см^3$ разбавленной (1:10) азотной кислоты. Переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 25,0 $см^3$. Объем раствора доводят до метки разбавленной (1:10) азотной кислотой.

б) В химическом стакане взвешивают на аналитических весах (0,100±0,002) г измельченного металлического галлия и растворяют в 4,0 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной (1:1). Добавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты и дважды упаривают до влажных солей. Полученный концентрат растворяют в 4,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Количественно переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$, наполовину заполненную бидистиллированной водой. Объем раствора доводят до метки бидистиллированной водой.

Раствор ионов галлия 1,0 мг/$см^3$ хранят 3 месяца.

8.4.3.2 Растворы ионов галлия с массовой концентрацией 0,1; 0,01 и 0,001 мг/$см^3$ (метод II) готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз раствора галлия (III) с массовой концентрацией 1,0 мг/$см^3$ бидистиллированной водой.

Растворы ионов галлия 0,1 и 0,01 мг/$см^3$ хранят 3 дня.

Раствор ионов галлия 0,001 мг/$см^3$ хранят 1 день.

8.4.3.3 Азотную кислоту марки х.ч. следует перегонять при температуре 120 °С. Перегнанная азотная кислота должна быть концентрации не менее 10,0 моль/$дм^3$. Перегнанную азотную кислоту следует хранить не более 6 месяцев в чистой кварцевой посуде.

8.5 Подготовка электродов

8.5.1 Подготовка к работе электрода сравнения

Электрод сравнения (при первом приготовлении) заполняют раствором хлористого калия, закрывают пробкой отверстие и выдерживают 48 ч для установления равновесного значения потенциала.

8.5.2 Подготовка к работе индикаторного электрода

Подготовку индикаторного электрода для каждого используемого метода ИВ-измерений (10.1; 10.2; 10.3) проводят по одному из способов (8.5.2.1; 8.5.2.2; 8.5.2.3).

8.5.2.1 Подготовка индикаторного ртутно-пленочного электрода

Индикаторный ртутно-пленочный электрод представляет собой фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 0,8 мм длиной (5-7) мм, площадью поверхности около 0,2 $см^3$. Для подготовки электрода к работе наносят на поверхность серебра пленку ртути толщиной 10-20 мкм. Покрытие ртутью проводят путем опускания рабочей части поверхности электрода (серебряной проволоки) в металлическую ртуть на (1-2) с, затем ртуть растирают фильтровальной бумагой для равномерного ее распределения по всей поверхности серебра. Электрод промывают бидистиллированной водой. Процедуру нанесения ртути на рабочую поверхность электрода повторяют по мере необходимости, например при появлении дефекта на поверхности электрода. При образовании серой пленки на поверхности - пленку удаляют фильтровальной бумагой.

После проведения анализа электроды обмывают бидистиллированной водой и хранят в стаканчике с бидистиллированной водой.

При подготовке индикаторного ртутно-пленочного электрода следует соблюдать технику безопасности при работе с ртутью:

- металлическую ртуть (не более 1,0 $см^3$) следует хранить под слоем воды в бюксе, помещенной в толстостенную склянку;

- работать с ртутью и хранить ее следует в вытяжном шкафу;

- необходимо иметь средства сбора и нейтрализации ртути (амальгамированную медную пластину, раствор хлорного железа).

8.5.2.2 Подготовка поверхности индикаторного графитового электрода

Перед началом работы 1 раз в день торцевую поверхность электрода обрабатывают на шлифованной шкурке зернистостью 40 мкм, затем на шлифованной тканевой эльборовой

шкурке зернистостью (20–28) мкм.

Затем электрод:

- промывают бидистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой;
- отполировывают на шлифованной тканевой шкурке зернистостью 2-3 мкм;
- промывают бидистиллированной водой и протирают мягкой бумажной салфеткой;
- отполировывают до зеркального блеска на обеззоленном фильтре (синяя лента);
- промывают соляной кислотой с массовой концентрацией концентрации 0,1 моль/дм^3, затем бидистиллированной водой.

После проведения анализа перед следующим погружением в раствор торцевую поверхность электрода готовят способом, указанным выше.

8.5.2.3 Подготовка поверхности индикаторного стеклоуглеродного электрода

Перед началом работы 1 раз в день торцевую поверхность электрода протирают фильтровальной бумагой, смоченной этиловым спиртом.

В случае снижения чувствительности индикаторного стеклоуглеродного электрода:

- удаляют отработанную пленку ртути;
- отполировывают торец электрода на шлифованной тканевой эльборовой шкурке зернистостью (2-3) мкм;
- промывают дистиллированной водой;
- отполировывают торцевую часть электрода до зеркального блеска алмазной пастой АСМ-2,3;
- протирают электрод этиловым спиртом для удаления следов пасты;
- промывают дистиллированной водой.

После проведения анализа перед следующим погружением в раствор торцевую поверхность электрода протирают сухой фильтровальной бумагой для удаления отработанной пленки ртути, которую затем помещают в сборник отходов для солей ртути.

9 Подготовка проб к ИВ-измерениям

Для анализа проб пищевых продуктов и продовольственного сырья одновременно используют две параллельные и одну холостую (контрольную) пробу или две параллельные и одну резервную пробу.

Подготовка проб анализируемых объектов к ИВ-измерениям проводится по одному из представленных способов (9.1-9.3) в зависимости от метода анализа (10.1-10.3).

Пробоподготовка по способу I основана на полном разложении органических веществ путем сжигания пробы сырья или продуктов в электропечи при контролируемом температурном режиме с добавлением азотной кислоты и пероксида водорода перед сухим озолением. Растворение золы проводят в бидистиллированной воде или в растворе соляной кислоты (ос.ч). Способ предназначен для всех видов продуктов и сырья с использованием минимальных навесок или объемов проб согласно таблице 1. Способ I представлен в 9.1.

Способы пробоподготовки II и III основаны на проведении минерализации по ГОСТ 26929 с получением осадка золы с использованием навесок или объемов проб согласно таблице 1. Дальнейшее растворение осадка золы проводится в смеси соляной кислоты (ос.ч.) и хлористого натрия (способ II) или в соляной кислоте (способ III). Способ II представлен в 9.2, а способ III - в 9.3 настоящего стандарта.

Допускается использование автоклавов или микроволновых печей для кислотного разложения проб. В этом случае необходимо убедиться в полном разложении органических веществ.

В экспресс-анализе пробы овощных, фруктовых соков, вин, коньяков, безалкогольных напитков предварительно разбавляют, при необходимости центрифугируют (при наличии осадка, взвеси), добавляют соляную (ос.ч.) или муравьиную кислоту и заканчивают фотохи-

мической обработкой для разрушения нестабильных комплексов металлов.

9.1 Подготовка проб по способу I

Способ подготовки проб используется для определения массовой концентрации кадмия, меди, свинца, цинка в пробах продуктов пищевых и продовольственного сырья, кроме определения массовых концентраций свинца в консервированных пищевых продуктах, расфасованных в жестяную тару.

Способ подготовки проб продуктов пищевых и продовольственного сырья заключается в проведении минерализации путем сочетания "мокрого" и "сухого" озоления. "Мокрая" минерализация проб с помощью азотной кислоты и пероксида водорода позволяет эффективно окислить органическую матрицу, а кроме того удалить хлорид-ионы из раствора, чтобы предотвратить улетучивание в дальнейшем хлоридов металлов при "сухой" минерализации. Метод пригоден для всех трех групп объектов (см. таблицу 1).

При анализе твердых продуктов (крупа, мясо, рыба, продукты их переработки) пробы предварительно гомогенизируют. Способы гомогенизации указаны в нормативных документах на методы отбора проб (см. 8.1 настоящего стандарта).

9.1.1 Подготовка проб всех трех групп продуктов (таблица 1) к ИВ-измерениям

В чистый кварцевый или фарфоровый стаканчик или кварцевый тигель вместимостью (15,0 - 20,0) $см^3$ помещают навеску или объем анализируемой пробы любой из трех групп продукции в соответствии с данными, приведенными в таблице 1 для способа I. Навеску пробы взвешивают с точностью до 0,001 г; объем измеряют пипеткой с точностью до 0,01 $см^3$.

Сухую навеску пробы смачивают бидистиллированной водой так, чтобы навеска пробы была смочена полностью.

Исходный объем алкогольных и безалкогольных напитков уменьшают в 2 - 3 раза при помощи упаривания пробы напитка при температуре (100 – 130) °С, избегая разбрызгивания пробы.

Затем пробу обрабатывают, добавляя (2,5 - 3,0) $см^3$ перегнанной азотной кислоты. Стаканчик (тигель) с пробой нагревают на электроплитке при температуре от 120 до 150 °С до влажного осадка. Повторно обрабатывают пробу, добавляя (1,5 - 2,0) $см^3$ азотной кислоты и (1,0 - 1,5) $см^3$ пероксида водорода. Стаканчик (тигель) помещают в муфельную печь при температуре (300±25) °С и постепенно (в течение 0,5 - 1,0 ч) повышают температуру до (450±25) °С; выдерживают 30 мин. Стаканчик (тигель), с образовавшейся золой, вынимают из муфеля.

Если в золе присутствуют угольные включения, повторяют обработку пробы азотной кислотой (0,5 $см^3$) с добавлением пероксида водорода (0,5 $см^3$). Повторно помещают стаканчик с пробой в муфельную печь и выдерживают при температуре 450 °С еще в течение (20 – 25) мин. Для зерна допускается минерализация при 500 °С. Стаканчик вынимают из муфеля.

В том случае, если зола однородна, белого, серого или рыжеватого цвета, стаканчик (тигель) с золой охлаждают до комнатной температуры. Растворяют осадок в 1,0 $см^3$ соляной кислоты концентрации 6,0 моль/$дм^3$ при перемешивании и нагревании до температуры (60–80) °С. Пробу упаривают при температуре (100–120) °С до влажных солей (не досуха) и добавляют 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды (при анализе жидких продуктов, кроме молока) или фонового раствора (при анализе твердых и молочных продуктов).

Из полученного минерализата ($V_{мин}$ = 10,0 $см^3$) для ИВ-измерения отбирают аликвоту соответствующего объема ($V_{ал}$). Объем аликвоты зависит от содержания элементов в пробе и равен, как правило, (0,2 - 1,0) $см^3$.

При анализе алкогольных и безалкогольных напитков для ИВ-измерений часто берут весь объем минерализата. В этом случае $V_{ал} = V_{мин.}$

9.1.2 Подготовка проб третьей группы объектов (коньяки, плодовые крепкие и вино-

градные вина, минеральные воды, спирт, водка, игристые и шампанские вина) для проведения экспресс-анализа

Подготовку проб этих объектов проводят следующим образом:

При наличии в пробе взвеси или осадка пробу центрифугируют до получения прозрачного центрифугата. Игристые и шампанские вина дегазируют.

В чистый кварцевый стаканчик с помощью пипетки помещают 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют анализируемую пробу в объеме от 0,2 до 1,0 $см^3$, прибавляют (0,05 - 0,1) $см^3$ муравьиной кислоты. В данном случае $V_{мин} = V_{ал}$. Стаканчик с пробой подвергают УФ-обработке с целью разрушения органических веществ.

Если полученные результаты анализа показывают, что содержание элемента в пробе превышает 0,3 ПДК, то анализ пробы следует повторить, используя подготовку пробы по 9.1.1.

9.2 Подготовка проб по способу II

Подготовку проб анализируемых объектов (продовольственного сырья и пищевых продуктов) проводят путем минерализации по ГОСТ 26929. Переведение пробы в раствор проводят в день измерений. При этом готовят раствор к ИВ-измерениям по одному из способов:

9.2.1 Приготовление испытуемых растворов проб продовольственного сырья и пищевых продуктов к анализу на содержание меди, свинца, кадмия, цинка (кроме определения содержания свинца в консервированных пищевых продуктах, расфасованных в жестяную тару).

После минерализации проб по ГОСТ 26929 к полученной сухой золе бело-серого цвета, охлажденной до комнатной температуры, приливают 1,0 $см^3$ соляной кислоты с массовой концентрацией 6,0 моль/$дм^3$. Суспензию перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения пробы и выдерживают в фарфоровой чашке в течение 5-15 мин. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу емкостью 50,0 $см^3$, добавляют 2,0 $см^3$ раствора хлористого натрия с массовой концентрацией 3,5 моль/$дм^3$ и разбавляют бидистиллированной водой до объема примерно 45,0 $см^3$. С помощью pH-Метра измеряют pH полученного раствора и доводят его кислотность до pH, равного (2±1), приливая разбавленные растворы соляной кислоты или гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой. Хранят растворенную пробу в течение (8 – 10) ч.

9.2.2 Анализ поваренной соли

При анализе поваренной соли минерализацию пробы не проводят.

На аналитических весах взвешивают в химическом стакане (1,000±0,002) г поваренной соли, растворяют навеску в бидистиллированной воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$, добавляют 2,0 $см^3$ соляной кислоты с массовой концентрацией 1,0 моль/$дм^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

9.2.3 Приготовление растворов проб консервированных пищевых продуктов, фасованных в жестяную тару, к анализу на содержание свинца

После минерализации по ГОСТ 26929 полученную сухую золу пищевого продукта бело-серого цвета, охлажденную до комнатной температуры, растворяют в фарфоровом тигле при нагревании на водяной бане в 5,0 $см^3$ разбавленной азотной (1:2) кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2,0 $см^3$ разбавленной хлорной (1:1) кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$, добавляют 10,0 $см^3$ разбавленной хлорной (1:1) кислоты. Объем раствора доводят до метки бидистиллированной водой. Хранят растворенную пробу в течение 8 ч.

9.3 Подготовка проб по способу III

Подготовку проб сырья и пищевых продуктов для анализа на определение концентра-

ции ионов кадмия, свинца, меди и цинка (кроме определения содержания свинца в консервированных пищевых продуктах, расфасованных в жестяную тару) проводят способом сухой минерализации по ГОСТ 26929.

Полученную золу растворяют в минимальном объеме соляной кислоты с массовой концентрацией 0,4 моль/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 25,0 см^3, добавляют 2,5 см^3 фонового раствора. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой.

Объемы аликвоты пробы, вносимой в электролизер, приведены ниже:

- 2,0 см^3 плоды, овощи и продукты их переработки;
- 2,0 см^3 для Cd и Pb; 0,1 см^3 для Cu мясо и продукты переработки;
- 2,0 см^3 яйца, желатин, зерно и продукты переработки;
- 5,0 см^3 масла, жиры, рыба и продукты переработки;
- 1,0 см^3 кондитерские изделия;
- 5,0 см^3 молоко и молочные продукты;
- 3,0 см^3 винодельческие продукты.

9.4 Подготовка контрольной пробы

Подготовку контрольной пробы проводят по 9.1-9.3, приливая соответствующие реактивы в тех же количествах и в той же последовательности, но без пробы анализируемого объекта, используя вместо нее бидистиллированную воду.

10 Проведение измерений

Инверсионно-вольтамперометрические измерения при анализе проб продовольственного сырья и пищевых продуктов на содержание токсичных элементов после их пробоподготовки к ИВ-измерениям проводят с использованием приборов, указанных в 7.1.1 с использованием различных индикаторных электродов по одному из методов (I, II, III) согласно 10.1; 10.2 или 10.3.

Выполнению измерений непосредственно самой анализируемой пробы предшествует стадия проверки электрохимической ячейки на чистоту.

Проверка электрохимической ячейки на чистоту

Проверку на чистоту электрохимической ячейки (стаканчиков, фонового раствора и электродов) проводят путем репарации вольтамперограмм в данной электрохимической ячейке с используемым фоновым раствором после многократного ополаскивания стаканчика бидистиллированной водой и фоновым электролитом.

Оптимальными являются такие качества реактивов, электродов и чистота посуды, когда получаются аналитические сигналы элемента в фоновом растворе, равные или близкие к нулю (менее 5 мм при чувствительности прибора 4×10^{-9} А/мм), в условиях, указанных для определения искомого элемента.

ИВ-измерения проб, подготовленных по способу I согласно 9.1, проводят по методу I ИВ-измерений согласно 10.1; по способу II согласно 9.2 - по методу II согласно 10.2; по способу III согласно 9.3 - по методу III согласно 10.3. Каждый метод ИВ-измерений отличается последовательностью и условиями его проведения, а также нормативами контроля (см. таблицу 7).

10.1 Выполнение измерений с использованием ртутно-пленочного электрода и универсальных полярографов или вольтамперометрических анализаторов (типа СТА, ТА-1или аналогичных), метод I.

Устанавливают следующий режим работы приборов:

- двухэлектродная система измерений;
- постоянно-токовый или переменно-токовый режим регистрации вольтамперограмм;
- поляризующее напряжение для электронакопления элементов: минус 1,4 В;

- потенциал начала регистрации вольтамперограмм: минус 1,2 В;
- конечное напряжение развертки: плюс 0,05 В;
- скорость линейного изменения потенциала: от 50 до 100 мВ/с;
- чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы: 4×10^{-9} - 8×10^{-7} А/мм (в зависимости от содержания элемента в анализируемой пробе);
- время электролиза: от 10 до 180 с (в зависимости от диапазона определяемых концентраций).

Проверяют электрохимическую ячейку на чистоту.

10.1.1 Проводят ИВ-измерение для каждой из параллельных анализируемых проб и контрольной пробы в одинаковых условиях.

Для этого в стаканчик с фоновым раствором мерной пипеткой вносят аликвоту анализируемой пробы, подготовленной по 9.1.1 - 9.1.2. Помещают стаканчик с анализируемым раствором в электрохимическую ячейку. Опускают в раствор индикаторный электрод (катод) и электрод сравнения (анод). Подключают к прибору индикаторный электрод и электрод-сравнения. Устанавливают чувствительность прибора и время предварительного накопления согласно таблице 3. Включают пропускание инертного газа или УФ-облучение анализируемого раствора в течение 180 - 300 с.

Проводят процесс предварительного электронакопления элементов из раствора подготовленной пробы при потенциале накопления минус 1,4 В в течение 120 с при заданной чувствительности полярографа при перемешивании раствора. По окончании предварительного накопления отключают газ и через (5-10) с регистрируют вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от минус 1,2 до плюс 0,05 В. При этом на вольтамперограмме регистрируют аналитические сигналы определяемых элементов, максимумы анодных токов (пиков) которых находятся при потенциалах (минус 0,90±0,05) В для цинка; (минус 0,60 ± 0,05) В для кадмия; (минус 0,40 ± 0,05) В для свинца и (минус 0,10 ± 0,05) В для меди.

Если на вольтамперограмме аналитические сигналы (высоты анодных пиков) элементов будут превышать 200 мм, то уменьшают или чувствительность прибора, или время накопления. Если высоты анодных пиков элементов будут меньше 5 мм, то увеличивают или чувствительность прибора, или время предварительного накопления.

Регистрацию аналитических сигналов всех четырех элементов (цинка, кадмия, свинца и меди) проводят одновременно, если они не выходят за пределы листа масштабно-координатной бумаги или экрана компьютера. В противном случае проводят регистрацию аналитических сигналов и определение массовых концентраций элементов с наименьшими значениями аналитических сигналов, после чего чувствительность прибора уменьшают и повторяют операции для остальных элементов.

Операции по электронакоплению и регистрации вольтамперограмм повторяют три раза в выбранных условиях.

Измеряют высоты анодных пиков определяемых элементов в анализируемом растворе.

В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки вносят добавки аттестованных смесей элементов в таком объеме, чтобы высоты анодных пиков соответствующих элементов на вольтамперограмме увеличились примерно в два раза по сравнению с первоначальной. Рекомендуемый объем добавок АС указан в таблице 5.

Таблица 5 - Рекомендуемые добавки АС и чувствительность прибора при регистрации вольтамперограмм при анализе проб пищевых продуктов и продовольственного сырья.

Диапазон массовой концентрации элемента	Время электролизамин	Концентрация АС, используемого для	Рекомендуемый объем добавок	Чувствительность прибо-

в испытуемом растворе, мг/дм^3		добавок, мг/дм^3	АС, см^3	ра, А/мм
0,001 - 0,10	5 - 10	0,1	0,05 - 0,1	4×10^{-9} - 1×10^{-8}
0,05 - 1,0	3 - 5	1,0	0,05 - 0,1	1×10^{-8} - 4×10^{-7}
0,5 - 10,0	2 - 5	10,0	0,05 - 0,1	2×10^{-8} - 8×10^{-7}
5,0 - 30,0	0,5- 2	10,0 или 100,0	0,05 - 0,1	2×10^{-7} - 8×10^{-6}

Добавки следует вносить в малом объеме (не более 0,2 см^3), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового раствора и избежать учета разбавления анализируемой пробы.

Проводят предварительное накопление и регистрацию вольтамперограмм анализируемой пробы с введенными добавками АС цинка, кадмия, свинца и меди три - четыре раза в тех же условиях, что и анализируемой пробы.

Измеряют высоты анодных пиков элементов в пробе с добавкой каждого определяемого элемента.

Выливают содержимое стаканчика. Промывают стаканчик бидистиллированной водой.

Аналогичные операции проводят для второй параллельной и для контрольной.

10.1.2 ИВ-измерения при анализе пробы в избытке одного элемента

На практике часто бывает, что в пробе содержание одного или двух элементов намного превышает содержание остальных. Это выясняется при регистрации вольтамперограмм, когда высота анодного пика элемента в пробе превышает высоты анодных пиков других элементов в десять и более раз.

Если таким элементом является Cd, Pb или Cu, то сначала оценивают содержание остальных элементов в выбранных для них условиях измерения сигналов. Затем проводят оценку содержания избыточного элемента при меньших временах накопления и при более грубой чувствительности прибора, используя добавки АС этого элемента более высоких концентраций.

При большом количественном содержании Zn в пробе по сравнению с содержанием Cd, Pb, Cu изменяют не только время электролиза и чувствительность прибора, но и потенциал электронакопления. Электронакопление Cd, Pb, Cu проводят при минус 1,2 В в течение 120 - 300 с и оценивают содержание этих элементов по методу добавок. Затем электронакопление Zn проводят при минус 1,4 В в течение (20 – 60) с и оценивают его содержание по методу добавок.

10.2 Выполнение измерений с использованием графитсодержащего электрода и анализаторов инверсионных вольтамперометрических. Метод II

Определение содержания ионов Cu, Pb и Cd проводят из одной аликвотной части пробы. Анализ пробы начинают с определения содержания в ней ионов Cu (II). После переключения потенциала накопления определяют содержание в пробе ионов Pb (II) и Cd (II). Определение содержания ионов Zn (II) проводят из другой аликвотной части пробы.

10.2.1 ИВ-измерения пробы на содержание ионов Cu (II)

В стеклянный стакан (электролизер) помещают 10,0 см^3 испытуемого раствора пробы, подготовленной по 9.2.1 и 9.2.2, добавляют 0,2 см^3 раствора ртути азотнокислой концентрации 1,0 мг/см^3. Опускают в электролизер индикаторный электрод, электрод сравнения и вспомогательный электрод. Проводят измерения при следующих условиях:

- предварительное концентрирование: при потенциале минус 0,80 В в течение (15 – 120) с при перемешивании и 15 с - успокоение раствора;
- скорость линейной развертки потенциала (производный режим): от 250 до 450 мВ/с;
- конечный потенциал развертки: плюс 0,01 В.

Условия измерений задают в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализато-

ра.

Потенциал максимума анодного тока меди равен: (минус 0,10 ± 0,10) В.

Порядок проведения электронакопления и регистрации вольтамперограмм пробы и пробы с добавкой АС элемента проводят аналогично 10.1 настоящего стандарта.

10.2.2 ИВ-измерения пробы на содержание ионов кадмия (II) и свинца (II)

После определения содержания меди пробу анализируют на содержание в ней ионов кадмия (II) и свинца (II), переключая потенциал предварительного концентрирования с минус 0,8 В на минус 1,2 В. Измерения проводят при тех же условиях.

Потенциалы максимумов анодных токов равны: (минус 0,45±0,10) В для свинца; (минус 0,60±0,10) В для кадмия.

10.2.3 ИВ-измерения пробы на содержание ионов цинка (II)

Перед выполнением измерений определяют содержание ионов меди (II) в испытуемом растворе пробы, приготовленном из озоленной навески.

В стаканчик - электролизер ячейки электролитической с помощью пипетки вместимостью 10,0 $см^3$ помещают 8,0 $см^3$ фонового раствора (0,04 моль/$дм^3$ соляная кислота (ос.ч) +0,14 моль/$дм^3$ хлористый натрий); (0,1 - 2,0) $см^3$ испытуемого раствора пробы в зависимости от содержания цинка в испытуемом растворе. Добавляют (1,0-1,5) $см^3$ раствора уксуснокислого натрия концентрации 1,0 моль/$дм^3$, 0,2 $см^3$ раствора ртути азотнокислой концентрации 1,0 мг/$см^3$ и такой объем раствора ионов галлия (III) концентрации 0,001; 0,01 или 0,1 мг/$см^3$, чтобы концентрация ионов галлия (III) в электролизере в (3–5) раз превышала концентрацию ионов меди (II). Величина pH раствора при электролизе должна быть равна (5,5±0,5).

Проводят измерения при условиях, указанных в 10.2.1. Потенциал максимума анодного тока цинка равен (минус 1,00±0,05) В.

Проводят измерения пробы и пробы с добавкой АС элемента в одинаковых условиях. Оценивают содержание элемента методом добавок.

10.2.4 ИВ-измерения испытуемых растворов, содержащих более 0,5 мг/$дм^3$ меди

Измерения пробы начинают с определения содержания в ней ионов меди (II). Определение содержания ионов меди проводят из первой аликвотной части пробы, равной 0,5 $см^3$. В электролизер помещают 0,5 $см^3$ испытуемого раствора пробы. Приливают 9,0 $см^3$ фонового электролита (0,04 моль/$дм^3$ соляная кислота + 0,14 моль/$дм^3$ хлористый натрий). Добавляют 0,2 $см^3$ раствора ртути азотнокислой с массовой концентрацией 1,0 мг/$см^3$. Проводят измерения пробы и пробы с добавкой АС элемента.

Содержание в пробе ионов свинца (II) и кадмия (II) определяют из второй аликвотной части пробы, равной 10 $см^3$.

Определение содержания ионов цинка (II) проводят из третьей аликвотной части пробы.

10.2.5 Выполнение измерений содержаний свинца в консервированных пищевых продуктах, расфасованных в жестяную тару

В электролизер помещают 10,0 $см^3$ пробы, растворенной после минерализации по 9.2.3, и 0,2 $см^3$ раствора ртути азотнокислой массовой концентрации 1,0 мг/$см^3$. Проводят предварительное концентрирование при потенциале минус 1,00 В. Потенциал максимума анодного тока свинца (II) равен (минус 0,45±0,10) В.

10.3 Выполнение измерений с использованием вращающегося дискового стеклоуглеродного электрода, серийного (универсального типа ПУ-1) или аналогичного полярографа. Метод III

Перед началом работы следует установить следующий режим работы приборов:

- диапазон тока: от 5 до 250 А;

- вид полярографии: 3-электродная, переменно-токовая с квадратно-волновой модуляцией;

- демпфирование: 0,1;
- амплитуда переменного напряжения: 30 мВ (возможно варьирование);
- скорость развертки: от 30 до 100 мВ/с;
- режим работы: накопление;
- задержка: 110 с (возможно варьирование);
- начальное напряжение: минус 1,00 В;
- направление развертки: плюс;
- амплитуда развертки : 1,10 В;
- режим: непрерывный; при потенциале: от 0,3 до 0,7 В.

В течение (40-100) с очищают поверхность рабочего электрода, устанавливая потенциал очистки поверхности стеклоуглеродного электрода плюс 0,40 В.

Потенциал накопления устанавливают минус 1,40 В и амплитуду развертки 1,5 В - при определении Zn, Pb, Cd; или потенциал накопления минус 0,95 В и амплитуду развертки 1,05 В - при определении Cu, Pb, Cd.

Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации серийного полярографа аналогично 10.1 настоящего стандарта, используя вращающийся электрод. Аликвота анализируемой пробы при этом помещается в раствор, содержащий 2,0 $см^3$ фонового электролита и 18,0 $см^3$ бидистиллированной воды. Добавки АС элементов проводятся согласно таблице 6.

Таблица 6 - Рекомендуемые добавки аттестованных смесей при анализе проб сырья и пищевых продуктов по методу III.

Диапазон анализируемых содержаний испытуемого раствора, $мкг/дм^3$	Концентрация АС для добавок, $мг/дм^3$	Рекомендуемый объем добавок, $см^3$
КАДМИЙ		
От 0,10 до 1,00 включ.	0,100	0,02 - 0,2
св. 1,00 « 10,0 «	1,00	0,02 - 0,2
« 10,0 « 500 «	Исходную пробу развести бидистиллированной водой в 10-50 раз	
СВИНЕЦ		
От 0,20 до 10,0 включ.	1,00	0,04 - 0,2
св. 10,0 « 30,0 «	5,00	0,05 - 0,2
« 30,0 « 80,0 «	10,0	0,1 - 0,2
« 80,0 « 500 «	Исходную пробу развести бидистиллированной водой в 10-50 раз	
МЕДЬ		
от 0,50 до 10,0 включ.	1,00	0,01 - 0,2
св. 10,0 « 500 «	Исходную пробу развести бидистиллированной водой в 10-50 раз	

Окончание таблицы 6

ЦИНК		
от 10,0 до 100 включ.	10,0	0,02 - 0,2
св. 100 « 1000 «	Исходную пробу развести бидистиллированной водой в 10-100 раз	

11 Обработка и оформление результатов измерений

При использовании вольтамперометрических анализаторов в комплекте с компьютером процедуры обработки вольтамперограмм и вычисления результатов анализа предусмотрены программным обеспечением и проводятся в автоматическом режиме без вмешательства оператора.

При использовании серийных полярографов и анализаторов в комплекте с самописцем обработку результатов измерений аналитических сигналов определяемых ионов металлов, а также расчет массовой концентрации каждого элемента в анализируемой пробе проводят следующим образом:

11.1 Расчет величин максимальных анодных токов (аналитических сигналов)

11.1.1 Для определяемого элемента рассчитывают среднее (h_1) из трех значений аналитических сигналов, полученных при 4-кратной регистрации вольтамперограммы пробы, не учитывая первую вольтамперограмму.

11.1.2 По средней высоте (h_1) анодного пика для данного элемента вычисляют значение максимального анодного тока (I_1) элемента по формуле

$$I_1 = h_1 \cdot \alpha \qquad (1)$$

где I_1 - значение максимального анодного тока ионов элемента в данной пробе, А;

h_1 - средняя высота анодного пика элемента на вольтамперограмме, мм;

α - чувствительность прибора при регистрации данного пика, А/мм.

Такой же расчет проводят и для вольтамперограмм при регистрации анализируемой пробы с добавкой аттестованной смеси ионов элемента

$$I_2 = h_2 \cdot \alpha\,, \qquad (2)$$

где индекс 2 относится к аналитическому сигналу элемента в пробе с добавкой АС.

11.1.3 Если регистрацию вольтамперограмм пробы и пробы с добавкой АС проводят без изменения чувствительности прибора и самописца, то операции по 11.1.2 не проводят, используя в дальнейших расчетах значения величины высот пиков вместо значений токов пиков.

11.2 Расчет массовой концентрации элемента в пробе

11.2.1 Массовую концентрацию каждого элемента в анализируемой пробе (X, мг/кг или мг/дм^3) вычисляют по формуле

$$X = \left[\frac{I_1 \cdot C_д \cdot V_д}{(I_2 - I_1) \cdot V_{ал}} - X_{хол} \right] \cdot \frac{V_{мин}}{m}\,, \qquad (3)$$

где X - массовая концентрация данного элемента в анализируемой пробе, мг/кг или мг/дм^3;

I_1 - значение максимального анодного тока элемента на вольтамперограмме для анализируемой пробы, А;

$C_д$ - концентрация АС ионов элемента, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_д$ - объем добавки АС элемента, дм^3;

I_2 - значение максимального анодного тока элемента на вольтамперограмме для пробы с добавкой АС элемента, А;

$V_{ал}$ - объем аликвоты минерализата, взятой для ИВ-измерения, дм^3;

$X_{хол}$ - массовая концентрация элемента в растворе контрольной пробы, мг/дм^3;

$V_{мин}$ - общий объем минерализата, приготовленный из озоленной пробы, дм^3;

m - масса навески (г) или объем (см^3) пробы, взятой для анализа.

Вычисления проводят по 11.1.1 - 11.2.1 для каждой из двух параллельных анализируемых проб. Получают, соответственно, значения X_1 и X_2.

11.2.2 Таким образом по двум параллельным определениям получены два значения массовой концентрации X_1 и X_2. Далее рассчитывают среднее арифметическое результата испытаний $(X_{ср})$, мг/кг или мг/дм^3:

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2} \qquad (4)$$

При удовлетворительной сходимости результатов параллельных определений по 12.1 среднее арифметическое значение $X_{ср}$ принимают за результат анализа. В противном случае анализ повторяют, используя резервную пробу.

11.3 Форма представления результата анализа

Результат КХА в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

- результат анализа ($X_{ср}$, мг/кг или мг/дм^3),
- характеристика относительной погрешности (δ, %), Р = 0,95

или

$$(X_{ср} \pm \Delta),\ \text{мг/кг или мг/дм}^3,\ P=0,95,$$

где $$\Delta = \frac{\delta}{100} X_{ср} \qquad (5)$$

Значения δ приведены в таблице 2 для каждого элемента, объекта и способа.

Значения содержания элемента в пробе $X_{ср}$ и абсолютной погрешности Δ должны содержать одинаковое число знаков после запятой.

Если полученный результат анализа составляет значение меньше нижней границы диапазона определяемых массовых концентраций согласно таблицы 1, то возможны два пути:

- в протоколах анализа указывать значение "меньше" нижней границы диапазона определяемых концентраций данного элемента по данному методу;
- при необходимости (в случае близости результата анализа со значением ПДК элемента в данном объекте), анализ пробы повторяют, используя большую (до 5 раз) навеску или объем исходной пробы или аликвоту подготовленной к ИВ-измерению пробы.

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Алгоритм проведения оперативного контроля сходимости

Оперативный контроль сходимости проводят при получении каждого результата измерений, представляющего собой среднее арифметическое двух параллельных определений.

Оперативный контроль сходимости проводят путем сравнения расхождение двух результатов параллельных определений (X_1 и X_2), полученных при анализе пробы, с нормативом оперативного контроля сходимости d.

Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если

$$|X_1 - X_2| \le d, \qquad (6)$$

где $d = 0{,}01 \cdot d_{отн} X_{ср}$ ($X_{ср}$ - среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений).

Значения $d_{отн}$ приведены в таблице 7.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.2 Алгоритм проведения оперативного контроля воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб. Оперативный контроль воспроизводимости проводят путем сравнения результата контрольной процедуры, равного расхождению двух результатов измерений содержания компонента в одной и той же пробе, полученных в различных условиях, допускаемых методикой (различные операторы, время, приборы и т.д.), $X(X_1;X_2)$, $\overline{X}$, $X'_{ср}$, $X''_{ср}$, с нормативом оперативного контроля воспроизводимости - D.

$$|X'_{ср} - X''_{ср}| \le D, \qquad (7)$$

где $D = 0{,}01 \cdot D_{отн} \cdot \overline{X}$

($\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений $X'_{ср}$ и $X''_{ср}$).

Значения $D_{отн}$ приведены в таблице 7.

Таблица 7 - Значения нормативов оперативного контроля точности результатов анализа

Метод ИВ-измерений	Номер группы объектов	Определяемый элемент	Норматив оперативного контроля сходимости $d_{отн}$, % (для двух результатов параллельных определений n = 2)	Норматив оперативного контроля воспроизво-димости, $D_{отн}$, % (для двух резуль-татов измерений m = 2)	Норматив внешнего оперативного контроля погрешности $К^{отн}_{P=0,95}$, % (P = 0,95)	Норматив внутрилабораторно-го оперативно-го контроля погрешности $К^{отн}_{P=0,90}$,
I	1	Cd	35	42	32	27
		Pb	39	47	35	29
		Cu	42	50	38	32
		Zn	36	44	33	28
	2	Cd	35	42	32	27
		Pb	46	55	40	34
		Cu	35	42	31	26
		Zn	32	39	29	24

Окончание таблицы 7

	3	Cd	42	50	37	31
		Pb	32	39	29	24
		Cu	32	39	30	25
		Zn	39	47	35	29
II	1, 2, 3	Cd	46	55	42	35
		Pb	53	64	49	41
		Cu	39	47	38	32
		Zn	32	39	30	25
III	1,2,3	Cd	51	61	47	39
		Pb	46	55	43	36
		Cu	42	50	39	33
		Zn	44	53	42	35

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.3 Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности

12.3.1 Алгоритм проведения оперативного контроля точности с использованием образцов для контроля

Образцами для оперативного контроля точности являются государственные стандартные образцы утвержденных типов, по составу адекватные пробам анализируемых объектов.

Например - ГСО 7151-95 состава муки животного происхождения; ГСО 3169-85, ГСО 7069-93 состава клубней картофеля; ГСО 3171-85, ГСО 7071-93 состава зерна пшеницы; ГСО 7070-93 состава крупы манной; ГСО 8080-94 корнеплодов моркови; ГСО 7165-95 состава зерна гороха; ГСО 7218-95 состава водки из спирта высшей очистки; ГСО 7217-95 состава водки из спирта "Экстра" и др.

Примечание - зарубежные стандартные образцы подлежат применению только после проведения процедуры допуска к применению по СТ РК 2.79.

Погрешность аттестованного значения государственного стандартного образца не должна превышать третьей части характеристики погрешности результатов КХА.

Алгоритм проведения оперативного контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля - $X_{ср}$ и его аттестованным значением - С, с нормативом оперативного контроля точности - K.

Точность контрольного измерения - $X_{ср}$, а также точность результатов анализа рабочих проб, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольного измерения, признают удовлетворительной, если

$$|X_{ср} - C| \le K, \qquad (8)$$

где $K=0,01 \cdot K^{отн} \cdot C$ для соответствующего значения доверительной вероятности Р=0,90 или Р=0,95.

Значения $K^{отн}$, приведены в таблице 7.

При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют с использованием другого образца для контроля. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.3.2 Алгоритм проведения оперативного контроля точности с использованием метода добавок

Алгоритм проведения оперативного контроля точности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольной процедуры, равного разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой - $X_{пд}$, пробы - $X_п$ и значением добавки - C, с нормативом оперативного контроля погрешности $K_Д$.

Норматив оперативного контроля погрешности ($K_Д$, мг/кг или мг/дм^3) рассчитывают по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля (Р = 0,90)

$$K_Д = 0{,}84\sqrt{(\Delta x_п)^2 + (\Delta x_{пд})^2}\ ; \qquad (9)$$

- при проведении внешнего контроля (Р=0,95)

$$K_Д = \sqrt{(\Delta x_п)^2 + (\Delta x_{пд})^2}\ , \qquad (10)$$

где $\Delta x_п$, $\Delta x_{пд}$ - значения характеристик погрешности (без учета знака), соответствующие содержанию определяемого компонента в пробе, пробе с добавкой, соответственно, (мг/кг или мг/дм^3).

Значение $\Delta x_п$ и $\Delta x_{пд}$ определяются по формуле (5) для пробы и пробы с добавкой, соответственно.

Точность контрольного измерения, а также точность результатов анализа рабочих проб, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольного измерения, признают удовлетворительными, если

$$\left| X'_{пд} - X_п - C \right| \le K_Д\ , \qquad (10)$$

При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют с использованием другой пробы. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.4 Периодичность контроля устанавливает лаборатория, которая проводит анализ, с учетом фактического состояния аналитических работ.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 4215-016-022.7703-98 Анализатор вольтамперометрический. Технические условия

[2] ТУ 48-20-117-92 Тигель стеклоуглеродный вместимостью 50 $см^3$. Технические условия

[3] ТУ 25-1819.0021-90 Секундомеры механические

[4] ТУ 25-7410,003-86 pH-метр, pH-метр ионометр. Технические условия

[5] ТУ 25-1173.103-84 Аппарат для бидистилляции воды. Технические условия

[6] ТУ 64-1.973-76 Щипцы тигельные. Технические условия

[7] ТУ 6-09-2878-84 Кислота хлорная. Технические условия

[8] ТУ 6-09-1567-78 Натрий уксуснокислый. Технические условия

[9] ТУ 6-09-4733-79 Галлия нитрат. Технические условия

[10] ТУ 6-09-04-8-84 Галлий металлический. Технические условия

[11] ТУ 6-09-3678-74 Калия хлорид ос. ч. Технические условия

[12] ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные. Технические условия

[13] ТУ 2-036-0224450-014-89 Шкурка шлифованная тканевая эльборовая. Технические условия

[14] ТУ 2-037-150-86 Шкурка шлифованная тканевая алмазная. Технические условия

УДК 389:001.4:006.354 **МКС 67.040**

Ключевые слова: продукты, сырье, продукты пищевые, продовольственное сырье, метод анализа, инверсионно-вольтамперометрический анализ, токсичные элементы, содержание элементов, кадмий, свинец, медь, цинк

gost.e-ecolog.ru