МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ПРОФИЛАКТИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОБНАРУЖЕНИЮ И ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ РТУТИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ БЕСПЛАМЕННОЙ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ

МОСКВА - 1989 г.

gost.e-ecolog.ru

Методические указания предназначены для лабораторий санитарно-эпидемиологических станций и НИИ гигиенического профиля при контроле за загрязнением пищевых продуктов ртутью методом беспламенной атомной абсорбции с использованием отечественного ртутного анализатора типа "Юлия-2" в качестве дополнения к действующему *ГОСТ'у 26927-86* "Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути".

Разработаны в отделе гигиены питания Института питания АМН СССР: рук. отдела, профессор Тутельян В.А., рук. лаборатории гигиенических исследований импортируемых пищевых продуктов, кандидат химических наук Эллер К.И., младший научный сотрудник Аманова И.Ю., ст.лаборант Киселева Т.И.

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник Главного
санитарно-профилактического
управления Минздрава СССР
_____ ЧИБУРАЕВ В. И.
"___" _____ 1990 г.
N 5178-90

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОБНАРУЖЕНИЮ И ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ РТУТИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ БЕСПЛАМЕННОЙ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ

Одним из важнейших гигиенических показателей безопасности пищевых продуктов является содержание общей ртути. Этот показатель характеризует суммарное содержание ртутьорганических соединений, ее неорганических соединений и атомарной ртути. В связи с высокими токсическими свойствами ртути и ее соединений в большинстве стран и в СССР установлены ПДК общей ртути в пищевых продуктах(СанПиН 42-123-4089-86 "Предельно допустимые концентрации тяжелых металлов и мышьяка в продовольственном сырье и пищевых продуктах").

В настоящее время для определения содержания общей ртути в пищевых продуктах действует ГОСТ 26927-86 " Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути", основанный на колориметрическом определении. Этот метод характеризуется недостаточной воспроизводимостью, трудоемкостью и может рассматриваться как полуколичественный. Более точный атомно-абсорбционный метод определения ртути предусмотрен в указанном ГОСТе только для рыбных продуктов, кроме того этот метод предусматривает использование зарубежного анализатора ртути типа " MAS -50". Настоящие методические указания являются модификацией атомно-абсорбционного метода определения ртути для различных пищевых продуктов с использованием отечественного анализатора ртути типа "Юлия-2".

Предлагаемый метод основан на мокром кислотном озолении пробы с последующим восстановлением ртути до металлической формы и количественном определении методом беспламенной атомной абсорбции на отечественном ртутном анализаторе типа "Юлия-2". Предел обнаружения метода в зависимости от навески продукта составит от 0,005мг/кг (при навеске 30г) до 0,03 мг/кг (при навеске 5г). Относительное стандартное отклонение 0,07-0,08.

Продолжительность анализа ртути в подготовленном минерализованном образце 10 мин.

Общая продолжительность анализа лимитируется этапом подготовки пробы /минерализации/ , которая составляет от 3 до 18 часов в зависимости от вида пищевых продуктов.

Метод включает два этапа:

- кислотная деструкция образца;
- определение ртути методом беспламенной атомной абсорбции на ртутном анализаторе "Юлия-2".

Методические указания предназначены для лабораторий санитарно-эпидемиологических станций и НИИ гигиенического профиля при анализе продовольственного сырья и пищевых продуктов на содержание общей ртути.

1. ОБОРУДОВАНИЕ И МАТЕРИАЛЫ

1. Анализатор ртути - "Юлия-2"
2. Иономер или pH-метр (типа ЭВ-74, pH 121)
3. Баня водяная
4. Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104 с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,01
5. Электроплитка с закрытой спиралью
6. Колбы мерные 1-50-2 или 2-50-2, 1-100-2 или 2-100-2 1-500-2 или 2-500-2, 1-1000-2 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74
7. Колбы конические Кн-1-750-34/35 ТС; Кн-1-500-29/32 ТС; по ГОСТ 25336-82
8. Воронки В-25-38 ХС по ГОСТ 25336-82
9. Цилиндры мерные 1-100 по ГОСТ 25336-82
10. Пипетки 4-1-1 или 5-1-1 или 5-1-2; 7-1-5 или 7-2-5 по ГОСТ 20292
11. Стаканы В-1-50 ТС по ГОСТ 25336-82
12. Фильтры обеззоленные синяя лента
13. Спирт этиловый по ГОСТ 18300
14. Кислота азотная, плотность 1.43 г/см по ГОСТ 11125 осч

15. Кислота серная, плотность 1,84 г/см по ГОСТ 14262 осч

Допускается применять кислоты марки хч, если массовая доля ртути в них не более 0,004 мг/кг.

16. Кислота соляная, плотность 1,19 г/см по ГОСТ 14261 осч, 6% раствор.

17. Олово двухлористое безводное или 2-водное по ГОСТ 3678, чда, раствор в 6% со ной кислоте.

18. Ртуть двухлористое по ГОСТ 4519, чда, азотнокислая по ГОСТ 4520, хч или стан ный образец раствора соли ртути ГСО РР 3497

19. Калий марганцовокислый, ГОСТ 20490-75, хч

20. Калий хромовокислый, хч, ГОСТ 4459-75.

21. Масло вазелиновое или силиконовое

22. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

Допускается применять импортное оборудование, лабораторное химическое стекл реактивы, соответствующие по качеству отечественным аналогам.

2. ОТБОР ПРОБ.

Отбор и подготовку проб к испытанию проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на продукт или пищевое сырье.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЯМ.

3.1. Построение градуировочного графика.

3.1.1. Приготовление основного стандартного раствора ртути с концентрацией 10 Растворяют 0,166г азотнокислой или 0,135г двухлористой ртути в дистиллирован в колбе вместимостью 1 л, предварительно добавив 30 мл концентрированной аз кислоты и несколько кристаллов калия хромовокислого.

Основной раствор ртути из стандартного образца ГСО РР 3497 готовят по п ной к нему инструкции.

3.1.2. Приготовление рабочего стандартного раствора ртути (растворы 1-3).

Раствор 1 с концентрацией ртути 10 мкг/мл :

10 мл основного раствора ртути помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доп

до метки дистиллированной водой. Раствор 2 с концентрацией ртути 0,1 мкг/мл : 5 мл раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор 3 с концентрацией ртути 0,01 мкг/мл.

10 мл раствора 2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

3.1.3. Построение градуировочного графика .

Градуировочный график строят для двух диапазонов:

минимальный диапазон 0,003-0,01 мкг (график 1)

максимальный диапазон 0,01 -0,03 мкг (график 2)

В пробирку для определения ртути поочередно вносят 0,0; 0,3; 0,5; 0,6; 0,8; 1;0 мл рабочего стандартного раствора 3, содержащего 0,0; 0,003; 0,005; 0,006; 0,008; 0,01 мк ртути соответственно. Добавляют дистиллированную воду до объема 2,7 мл и 0,3 мл раство ра двухлористого олова. Немедленно вводят в склянку барботер. Снимают показания иономер

Для максимальной шкалы в пробирку для определения ртути поочередно вносят 0,1; 0,00; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мл рабочего стандартного раствора 2 содержащего 0,00; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025; 0,030 мкг ртути соответственно. Далее как для минимальной шкалы.

3.1.4. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массу ртути, в мкг, по оси ординат - пропускание, выраженное в % от полной шкалы в диапазоне 4-9 иономера. (Jд=Jхолост.-Jпробы)

Градуировочный график строят вновь 1 раз в 3 месяца, а также каждый раз при замене кюветы, ртутной лампы или после ремонта прибора.

Основной стандартный раствор ртути хранят в течение 3 месяцев, рабочие стандартные растворы ртути готовят в день построения калибровочного графика.

3.1.5. Приготовление очищенного раствора двухлористого олова.

Навеску 1,5 г безводного двухлористого олова или 1,8 г двухлористого олова 2-водного помещают в мерную пробирку на 25 мл и доводят до метки 6% раствором соляной кислоты. Раствор продувают с помощью микрокомпрессора прибора до отрицательной реакции на ртуть (отметка 100 на шкале иономера).

3.1.6. Приготовление раствора для поглощения отработанной ртути.

5 г перманганата калия растворяют в 94,5 мл дистиллированной воды и добавляю 0,5 мл концентрированной соляной кислоты.

3.2. Деструкция образца пищевого продукта("открытым" способом).

В коническую колбу (емкостью 500 мл для навески 5 г и 750 мл для навески вы помещают навеску из ранее подготовленной средней пробы в соответствии с табл.1 и номерно распределяют по дну колбу.

Последовательно вносят этиловый спирт, воду, азотную кислоту в соответствии ГОСТом 26927-86, стр.7-10, табл.1 в пересчете на навеску, указанную в табл. 1 мето Для навески 5 г пользуются схемой минерализации, указанной в табл.1 методики.

Колбу закрывают воронкой диаметром 25 мм, содержимое перемешивают и выдержив при комнатной температуре не менее 30 минут или оставляют на ночь. Осторожно по ка через воронку при помешивании добавляют в пробу серную кислоту из стакана вместимо 50 мл, не допуская бурного выделения окислов азота, с которыми возможны потери рту После добавления серной кислоты колбу оставляют в вытяжном шкафу при комнатной тем ратуре до полного прекращения выделения бурых паров окислов азота. Затем колбу став на горячую водяную баню и проводят нагревание в соответствии с таблицей 1, графа 10 Добавляют 30 мл кипящей дистиллированной воды и выдерживают на кипящей водяной бане еще 15-20 минут.

Горячий деструктат фильтруют в цилиндр вместимостью 100 мл через увлажненный во, фильтр. Колбу из-под деструктата и фильтр несколько раз промывают кипящей дистиллиро ванной водой. Объем деструктата и промывных вод доводят до 100 мл. Перед измерением деструктат в коническую колбу или стакан и тщательно перемешивают стеклянной палочкой При необходимости деструктат для последующих определений ртути хранят сутки.

Деструкция образца пищевого продукта("закрытым" способом). Для продуктов, требующих "закрытой" минерализации / сыры, творог, рыба и др. / следует пользоваться методикой "закрытого" мокрого озоления по ГОСТ 26927-86.

ТАБЛИЦА 1

ПДК СанПиН 42-123-4089-86	Навеска, г	Предв. обраб. навески	Добавление этилового спирта, мл	Добавление воды, мл	Добавление конц. азотн. кислоты, мл	Выдерживание при комн. темпер., мин.	Добавление конц. серной кислоты, мл	Выдерживание при комн. темпер., мин	Температура и время нагрева на вод. бане, °С
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0,005 (молоко, продукты детского питания жидкие, напитки)	30	По ГОСТ 26927-86 в пересчете на навеску	1,0	По ГОСТ 26927-86 в пересчете на навеску		По ГОСТ 26927-86	По ГОСТ 26927-86 в пересчете на навеску	До полного прекращения выдел. окислов азота	По ГОСТ 26927-86
(сухое молоко и прод. детского питания)	5	"--"--"	1,0		5	30 мин.	7	"-"-"	"-"-"
0,01	15	"--"--"	1,0	По ГОСТ 26927 в перес. на нав.		По ГОСТ 26927-86	В перес. на нав.	-"-"-	-"-"-
0,02 (плодоовощная продукция)	10	-"-"-	1,0	-"-"-		-"-"-	-"-	-"-	5-10' при 70°С 15-20' при 100°С
0,03 и выше для зерна, круп, зернобобовых	5	-	1,0	10-20	10	на ночь	5	-"-	5-10' при 70°С 30' при 100°С
для мяса, мясных продуктов и др.	5	-	1,0	5	5	30 мин	5	-"-	5-10' при 70°С 15-20' пр 100°С
для рыбы, рыбных продуктов, продуктов моря "закрытым способом"	5	-	1,0	5	5	30 мин	5	-"-	-"-"-

Для каждой серии анализов проводится соответствующий контроль применяемых реактивов / холостая проба /.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА.

Измерение количества ртути в деструктате проводят в соответствии с инструкцией к прибору. 1 мл деструктата вносят в пробирку для определения ртути и проводят измерение по п. 3.1.3. Регистрируют максимальное отклонение стрелки иономера. При сильном пенообразовании в измерительную пробирку перед добавлением раствора двухлористого олова вносят одну каплю силиконового или вазелинового масла.

Для проверки правильности подготовки пробы (полноты минерализации) проводим опыт с добавкой. В колбу с навеской продукта добавляем стандартный раствор ртути на уровне двух ПДК и проводим минерализацию одновременно с анализируемой пробой. Степень открываемости должна находиться в пределах 75-90%

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ.

5.1. Массовую долю ртути в пробе /мкг/ находят по градуировочным графикам 1-3.

5.2. Массовую долю ртути /С/ в продукте рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{(m - a) \times V}{M \times v} \text{ мг/кг , где}$$

m - масса ртути в анализируемом объеме, мкг

a - масса ртути в холостом опыте, мкг

V - общий объем деструктата, мл

v - аликвотный объем деструктата , мл

M - масса образца, взятая для деструкции, г

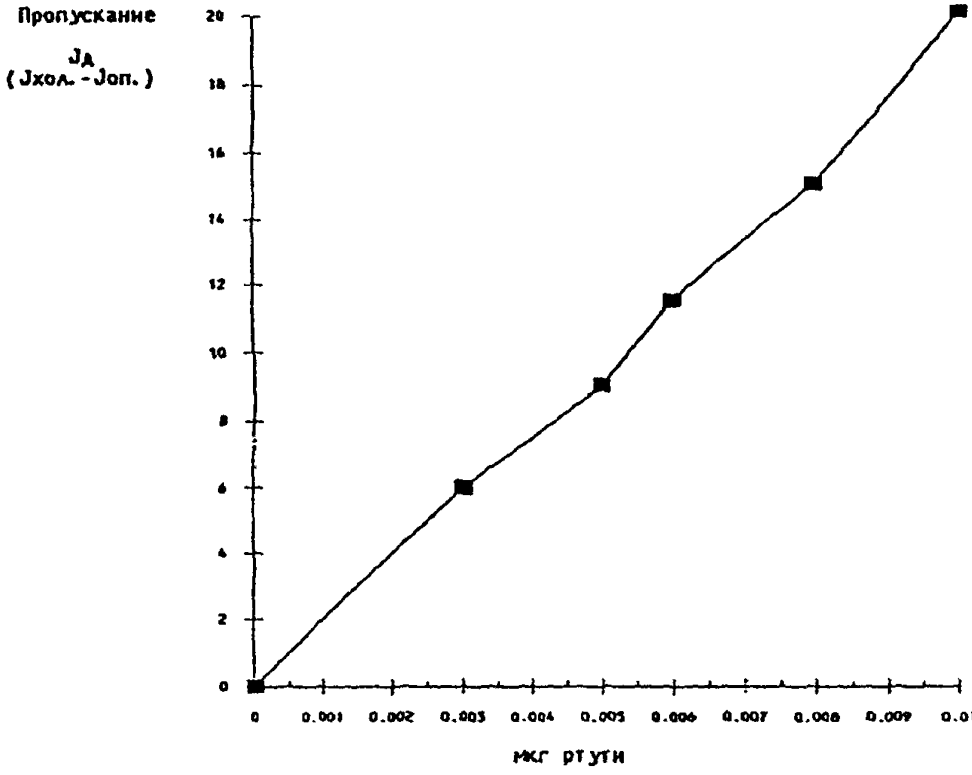
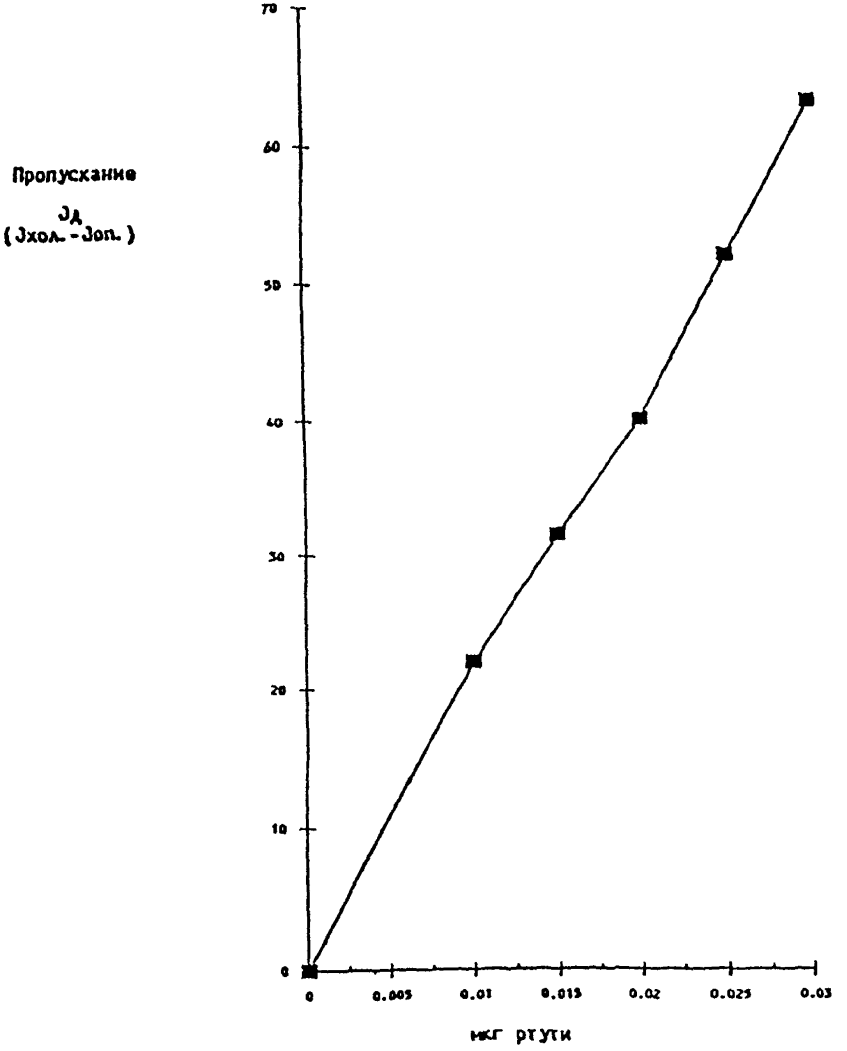


График 1 - Минимальный диапазон (0,003-0,01 мкг) .



gost.e-ecolog.ru

Рисунок 2 - Максимальный диапазон (0,01-0,03 мкг) .