

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.

Методические указания предназначены для лабораторий санитарно-эпидемиологических станций и НИИ гигиенического профиля при контроле за загрязнением пищевых продуктов ртути методом беспламенной атомной абсорбции с использованием отечественного ртутного анализатора типа "Юлия-2" в качестве дополнения к действующему ГОСТу 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 импортных пищевых продуктов, кандидат химических наук Эллер К. И., младший научный сотрудник Аманова Н. Ю., ст. лаборант Киселева Т. И..

УТВЕРЖДАЮ

Начальник Главного
санитарно-профилактического
управления Минздрава СССР

ЧИГУРАЕВ В. И.

1990 г.

№ 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 полуквантитативный. 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 "MAG-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 0,005 мг/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. Ионномер или рН-метр (типа ЗВ-74, рН 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 $\pm 0,01$
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 дистиллированной
в колбе вместимостью 1 л, предварительно добавив 30 мл концентрированной азот-
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 мкг ртути соответственно. Добавляют дистиллированную воду до объема 2,7 мл и 0,3 мл раствора двухлористого олова. Немедленно вводят в склянку барботер. Снимают показания иономера

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 добавляют 0,5 мл концентрированной соляной кислоты.

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

В коническую колбу (емкость 500 мл для навески 5 г и 750 мл для навески выше) помещают навеску из ранее подготовленной средней пробы в соответствии с табл. 1 и равномерно распределяют по дну колбы.

Последовательно вносят этиловый спирт, воду, азотную кислоту в соответствии с 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 выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут или оставляют на ночь. Осторожно по капле через воронку при помешивании добавляют в пробу серную кислоту из стакана вместимостью 50 мл, не допуская бурного выделения окислов азота, с которыми возможны потери ртути. После добавления серной кислоты колбу оставляют в вытяжном шкафу при комнатной температуре до полного прекращения выделения бурых паров окислов азота. Затем колбу ставят 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 дистиллированной 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

ПАК СанПиН 42-123-4089-86	Навеска, г	Предв. обраб. навески	Добавление этилового спирта, мл	Добавление воды, мл	Добавление конц. азотк. 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) (сухое молоко и продукты детского питания)	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 выделения окислов азота	По ГОСТ 26927-86
	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, крупы, 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' при 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 мономера. При сильном пенообразовании в измерительную пробирку перед добавлением раствора двухлористого олова вносят одну каплю силиконового или вазелинового масла.

Для проверки правильности подготовки пробы (помогты 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:

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

m - масса ртути в анализируемом объеме, мкг

a - масса ртути в холостом опыте, мкг

V - общий объем деструктата, мл

v - аликвотный объем деструктата, мл

N - масса образца, взятая для деструкции, г

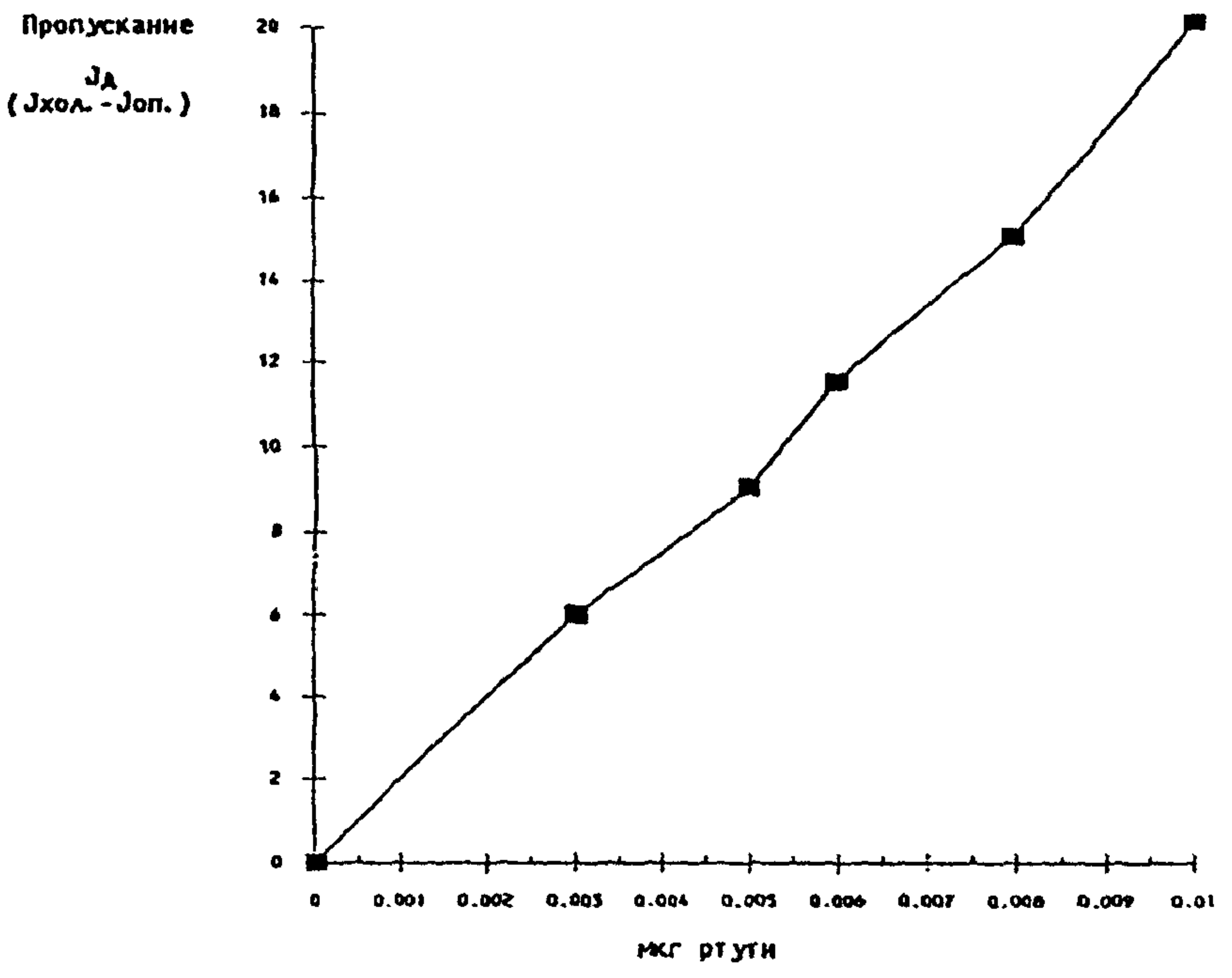


График 1 - Минимальный диапазон (0,003-0,01 мкг) .

9

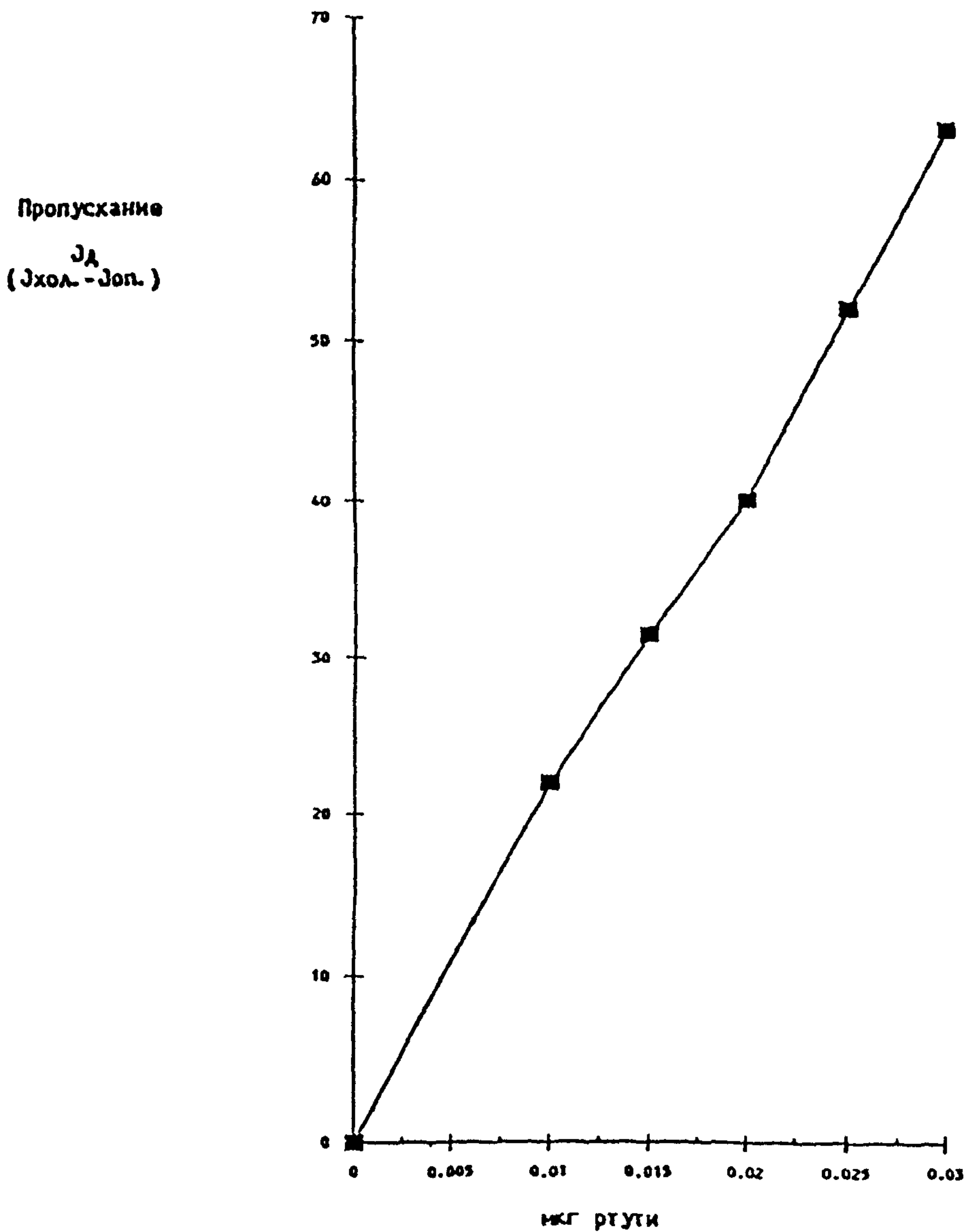


График 2 - Максимальный диапазон (0,01-0,03 мкг) .