

ЗАО «АКВИЛОН»



*МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА*  
продовольственное сырье и пищевые продукты

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ ДОЛИ КАДМИЯ, СВИНЦА, МЕДИ И ЦИНКА  
В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ  
МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ**

**ФР 1.31.2008.01733**

Методика выполнения измерений (МВИ) массовой доли кадмия, меди, свинца, цинка в пищевой продукции методом инверсионной вольтамперометрии метрологически аттестована ФГУП «Всероссийским научно-исследовательским институтом Метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС») Федерального Агентства по техническому регулированию и метрологии

Свидетельство о метрологической аттестации № 22-08 от 04 марта 2008.

Методика прошла апробацию в испытательных лабораториях ЦСМ, ЦГСЭН и предприятий перерабатывающей промышленности.

Регламентированный в МВИ метод инверсионной вольтамперометрии определения массовой доли кадмия, меди, свинца, цинка в пробах продовольственного сырья и пищевых продуктов может применяться в испытательных лабораториях Госсанэпиднадзора, Центров стандартизации и метрологии, лабораториях предприятий отрасли.

МВИ не имеет ограничения срока действия.

МВИ считается подлинником при наличии печати разработчика

Учетный номер экземпляра \_\_\_\_\_

Разработчик:

ЗАО «Аквилон»

Адрес: 111024, г.Москва, пр.2-й Кабельный, д.1  
тел./факс (495) 925 72 20 (21) (многоканальный)

E-mail: [akvilon@akvilon.ru](mailto:akvilon@akvilon.ru)

Право тиражирования принадлежит разработчику.

---

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения ЗАО " АКВИЛОН» преследуется по ст.146 УК РФ.

# **МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ КАДМИЯ, СВИНЦА, МЕДИ, ЦИНКА В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ**

## **1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящая методика выполнения измерений устанавливает инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой доли кадмия, меди, свинца, цинка в пищевых продуктах и продовольственном сырье.

Метод обеспечивает получение результатов измерений массовой доли кадмия, свинца, меди, цинка в пищевых продуктах и продовольственном сырье в диапазонах и с погрешностями, приведенными в таблице 1.

## **2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563-96	Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений
ГОСТ 26929-94	Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов.
ГОСТ Р ИСО 5725-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. (Части 1-6)
СанПиН 2.3.2.1078-01	Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов.
МУК 4.1.985-00	Определение содержания токсичных элементов в пищевых продуктах и продовольственном сырье. Методика автоклавной пробоподготовки.
МУК 4.1.986-00	Методика выполнения измерений массовой доли свинца и кадмия в пищевых продуктах и продовольственном сырье методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии.

## **3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**

В настоящем стандарте используют определения и сокращения с учетом требований ГОСТ 8.315, ГОСТ Р 1.12, ГОСТ 8.563, СанПиН 2.3.2.1078-01.

## **4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА**

Инверсионно-вольтамперометрический метод основан на зависимости тока, проходящего через ячейку анализатора с анализируемым раствором, от массовой доли элемента, содержащегося в растворе и функционально связанного с формой и параметрами приложенного к электродам поляризирующего напряжения.

Инверсионно-вольтамперометрический метод базируется на способности анализируемого элемента электрохимически накапливаться на поверхности или в объеме индикаторного (рабочего) электрода и растворяться в процессе анодной или катодной поляризации при определенном потенциале, характерном для каждого элемента.

Высота пика элемента, регистрируемого на вольтамперограмме, пропорциональна массовой доле элемента в растворе.

Процесс вольтамперометрического определения содержания элементов в инверсионном режиме включает в себя:

- электрохимическую очистку измерительного (рабочего) электрода;
- электрохимическое накопление элемента на измерительном электроде;
- электрорастворение накопленного элемента при развертке потенциала при заданных режимах.

Массовую концентрацию элемента в растворах проб после их минерализации определяют методом «стандартных добавок», не требующим построения градуировочной кривой.

«Метод стандартных добавок» основан на регистрации циклов вольтамперограмм при одних и тех же параметрах измерений (приложение А) серии растворов:

1) фонового электролита (фона); 2) пробы, подготовленной к измерениям; 3) той же пробы, в которую вводят раствор-добавку измеряемого элемента, с известной массовой концентрацией.

Объем раствора-добавки, вносимого в измеряемую пробу после регистрации вольтамперограмм, подбирают таким образом, чтобы после введения раствора-добавки в пробу высота аналитического пика определяемого элемента на вольтамперограмме увеличивалась в (1,5 .....3) раза. Раствор-добавку можно вводить последовательно несколько раз \*, однако суммарный объем всех добавок \* не должен превышать 10% (2 см<sup>3</sup>) объема пробы в ячейке.

*Примечание\** Объем(ы) растворов- добавок, количество их и массовая концентрация регистрируются в программе анализатора.

Результаты измерений рассчитываются автоматически сравнением значений аналитических сигналов элемента на вольтамперограммах серии растворов.

## 5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и её составляющих) результатов измерений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не превышает значений, приведенных в таблице 1 для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Наименование элемента	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг (мг/кг)	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$ , % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Предел повторяемости, r, % P=0,95, n=2
1	2	3	4	5	6
Кадмий	От 0,020 до 1,0 вкл.	32	5,5	16	15
Свинец	От 0,0020 до 5 вкл.	28	7,5	14	21
Цинк	От 0,010 до 100 вкл	25	5	12	14
Медь	От 0,0010 до 20 вкл.	20	3,5	9	10

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

Температура окружающего воздуха, °С	20 – 35
Атмосферное давление, кПа	84,0 - 106,1(760 ± 30 мм рт.ст.)
Относительная влажность воздуха, %	65 ± 15
Частота питающей сети, Гц	50 ± 1
Напряжение питания в сети, В	220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub>

## 7. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ

7. 1 Анализатор вольтамперометрический АКВ-07МК по ТУ 4215-001-81696414 с трехэлектродным датчиком и системой сбора и обработки данных со следующими метрологическими характеристиками:

предел обнаружения ионов кадмия, мг/дм<sup>3</sup>  $5 \cdot 10^{-5}$ ;

предел допускаемых значений относительного (СКО) случайной составляющей погрешности результатов измерений, % - не более 4.

7.2 ГСО состава водных растворов ионов металлов с аттестованным значением массовой концентрации ионов 1,0 г/дм<sup>3</sup> и относительной погрешностью аттестованного значения не более ( $\pm 1$ )% (при P=0,95). Например:

ГСО раствора ионов кадмия 5690 или 7472;

ГСО раствора ионов свинца 7012 или 7252;

ГСО раствора ионов цинка 8053 или 7227;

ГСО раствора ионов меди 7998 или 7226;

7.3 Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г кл. специальный по ГОСТ 24104.

7.4 Дозаторы медицинские лабораторные переменного объема 5 – 100 и 200 – 1000 мкл. по ГОСТ 28311.

7.5 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2 класса точности по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169: вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см<sup>3</sup>.

7.6 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2 класса точности по ГОСТ 1770: колбы мерные наливные вместимостью 25 см<sup>3</sup>; 50 см<sup>3</sup>; 100 см<sup>3</sup>; 500 см<sup>3</sup>; 1000 см<sup>3</sup>; цилиндры вместимостью 10 см<sup>3</sup>; 25 см<sup>3</sup>; 50 см<sup>3</sup>; 100 см<sup>3</sup>; 1000 см<sup>3</sup>; пробирки мерные вместимостью 10 см<sup>3</sup>; 15 см<sup>3</sup>; 20 см<sup>3</sup>.

7.7 Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном регулирования температуры 40 - 150<sup>0</sup>С.

7.8 Аналитический автоклав МКП-04 или МКП-05 АНКОН - АТ-2 или электропечь сопротивления камерная лабораторная с диапазоном регулирования температуры 200 - 1100<sup>0</sup>С.

7.9 Аппарат для приготовления бидистиллированной воды (стеклянный) АСД-4 по ГОСТ 28165.

7.10 Баня песчаная.

7.11 Чаши выпарительные вместимостью 20 – 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29225 или по ГОСТ 1990

7.12 Воронки фильтрующие ВФ-1-32 ПОР 40 ТХС, В-25-312 ХС, В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

7.13 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.14 Калий хлористый по ГОСТ 423

7.15 Кислота азотная марки "ос.ч" по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125 (d = 1,42 г/см<sup>3</sup>).

7.16 Спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 18300

7.17 Кислота серная по ГОСТ 4204 (d = 1,84 г/см<sup>3</sup>).

7.18. Кислота соляная по ГОСТ 14261 (d = 1,185 г/см<sup>3</sup>).

7.19 Ртуть (II) азотнокислая, одноводная по ГОСТ 4520

7.20 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

*Примечание - Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных выше. Все реактивы должны быть квалификации ос.ч или х.ч.*



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ  
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ**

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail: [analyt-vm@vniims.ru](mailto:analyt-vm@vniims.ru)

Тел. (495) 437 9419  
Факс: (495) 437 5666

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 22-08**

**ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ**

**Методика выполнения измерений массовой доли  
кадмия, свинца, меди и цинка в пищевой продукции  
методом инверсионной вольтамперометрии**

Методика выполнения измерений массовой доли кадмия, свинца, меди и цинка в пищевой продукции методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная ЗАО "Аквилон", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и показателя правильности.

Дата выдачи 4 марта 2008 года

Заместитель директора



В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Наименование элемента	Диапазон измерений массовой доли, млн <sup>-1</sup> (мг/кг)	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %, при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>г</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>в</sub> , %	Предел повторяемости, г, %, P=0,95, n=2
Кадмий	От 0,020 до 1,0 вкл.	32	5,5	16	15
Свинец	От 0,0020 до 5 вкл.	28	7,5	14	21
Цинк	От 0,010 до 100 вкл.	25	5	12	14
Медь	От 0,0010 до 20 вкл.	20	3,5	9	10

Начальник отдела



Ш. Р. Фаткудинова