

ГОСТ 26933-86

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения кадмия

Raw material and food-stuffs.  
Methods for determination of cadmium

ОКСТУ 9109, 9209

Дата введения 1986-12-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством здравоохранения СССР и Государственной комиссией Совета Министров СССР по продовольствию и закупкам

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам N 1775 от 25.06.86

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Наименование НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
<a href="#">ГОСТ 949-73</a>	2
<a href="#">ГОСТ 1770-74</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 2405-88</a>	2
<a href="#">ГОСТ 3118-77</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 3652-69</a>	2
<a href="#">ГОСТ 3760-79</a>	2, 3.4
<a href="#">ГОСТ 3773-72</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 4204-77</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 4328-77</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 4461-77</a>	2
<a href="#">ГОСТ 4523-77</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 4658-73</a>	2
<a href="#">ГОСТ 4919.1-77</a>	2

<a href="#">ГОСТ 5457-75</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 6552-80</a>	2
<a href="#">ГОСТ 6709-72</a>	2
<a href="#">ГОСТ 8864-71</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 9147-80</a>	2
<a href="#">ГОСТ 9293-74</a>	2
<a href="#">ГОСТ 11120-75</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 11125-84</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 13861-89</a>	2
<a href="#">ГОСТ 14261-77</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 14919-83</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 17435-72</a>	2
<a href="#">ГОСТ 18300-87</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 18481-81</a>	2
<a href="#">ГОСТ 20288-74</a>	6.1

<a href="#">ГОСТ 20478-75</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 22280-76</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 22300-76</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 24104-88</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 24147-80</a>	2
<a href="#">ГОСТ 24363-80</a>	2
<a href="#">ГОСТ 25336-82</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 26929-94</a>	3.1
ТУ 6-09-01-755-88	2
ТУ 6-09-01-768-89	2
ТУ 6-09-07-1684-89	2
ТУ 6-09-14-32-76	6.1
ТУ 6-09-50-77-87	2

5. Проверен в 1991 г. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 12.07.91 N 1245

6. ИЗДАНИЕ с Изменением N 1, утвержденным в мае 1990 г. (ИУС 8-90)

Настоящий стандарт распространяется на пищевые сырье и продукты и устанавливает метод определения кадмия.

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении кадмия полярографированием в режиме переменного тока.

При анализе поваренной соли используют метод, основанный на растворении поваренной соли в воде, разрушении органических соединений, экстракции кадмия раствором дитизона в хлороформе, реэкстракции и определении кадмия полярографированием в режиме переменного тока.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

## 1. МЕТОД ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

1.1. Метод отбора проб и подготовки их к испытанию должен быть указан в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Полярограф марки ПУ-1 или других марок, обеспечивающих возможность работы в режиме переменного тока.

Баня водяная.

Электроплитка бытовая по [ГОСТ 14919](#) или других марок.

Баллон стальной по [ГОСТ 949](#).

Редуктор для газопламенной обработки по [ГОСТ 13861](#) с кислородным манометром по [ГОСТ 2405](#).

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности по [ГОСТ 24104](#)\*.

---

\* С 01.07.2002 г. введен в действие [ГОСТ 24104-2001](#) (здесь и далее).

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности по [ГОСТ 24104](#).

Шкаф лабораторный сушильный.

Линейка чертежная мерительная по [ГОСТ 17435](#).

Колбы мерные 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2 и 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Колбы конические Кн-2-10-18, Кн-2-25-18 и Кн-2-250-34 по [ГОСТ 25336](#).

Пробирки мерные П-2-10 и П-2-15 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Воронки делительные ВД-3-250-29/32 ХС и ВД-3-500-29/32 ХС по [ГОСТ 25336](#).

Цилиндры 1-10 или 2-10; 1-25 или 3-25; 1-50 или 3-50; 1-100 или 3-100 по [ГОСТ 1770](#).

Эксикатор по [ГОСТ 25336](#).

Чашка выпарительная фарфоровая N 4 или 5 по [ГОСТ 9147](#).

Ареометры без шара А 1-1, набор с пределами измерений от 700 до 1840 кг/м<sup>3</sup>, по [ГОСТ 18481](#).

Фильтры обеззоленные диаметром 5,5 мм, "синяя лента".

Стаканы В-1-250 ТХС по [ГОСТ 25336](#).

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Хлороформ.

Дитизон по ТУ 6-09-07-1684, ч.д.а., растворы в хлороформе концентраций 0,01; 0,30; 0,20 и 1,00 г/дм<sup>3</sup>.

Тимоловый синий, ч.д.а., раствор, приготовленный по [ГОСТ 4919.1](#).

Калия гидроокись по [ГОСТ 24363](#), ч.д.а., гранулированная и раствор концентрации 600 г/дм<sup>3</sup>.

Кальций хлористый 2-водный по ТУ 6-09-50-77, ч., прокаленный.

Кислота азотная, ос.ч., по [ГОСТ 11125](#) или кислота азотная по [ГОСТ 4461](#), х.ч., плотностью 1,40 г/см<sup>3</sup> и разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и (1:2).

Кислота лимонная, ос.ч., или кислота лимонная по [ГОСТ 3652](#), х.ч.

Кислота ортофосфорная по [ГОСТ 6552](#), х.ч., плотностью 1,72 г/см<sup>3</sup>, разбавленная бидистиллированной водой (1:3).

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), х.ч., плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота соляная, ос.ч., по [ГОСТ 14261](#) или кислота соляная по [ГОСТ 3118](#), х.ч., плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и раствор концентрации  $c(\text{HCl})=0,2$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота хлорная, х.ч., плотностью 1,50 г/см<sup>3</sup>, раствор с массовой долей 57%, или ч.д.а., плотностью 1,32 г/см<sup>3</sup>, раствор с массовой долей 42%; раствор, разбавленный бидистиллированной водой при использовании кислоты квалификации х.ч. (10:9) или ч.д.а. (10:4).

Натрия гидроокись по [ГОСТ 4328](#), ч.д.а., гранулированная и раствор концентрации  $c(\text{NaOH})=0,02$  моль/дм<sup>3</sup> и концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>.

Пирогаллол А, ч.д.а., раствор концентрации 250 г/дм<sup>3</sup>.

Азот газообразный по [ГОСТ 9293](#), ос.ч. или "О", или другой инертный газ с массовой долей кислорода не более 0,001%.

Аммиак водный, ос.ч., по [ГОСТ 24147](#) или аммиак водный по [ГОСТ 3760](#), ч.д.а., очищенный методом изотермической перегонки.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ТУ 6-09-01-755, ч.д.а., или аммоний лимоннокислый по ТУ 6-09-01-768, ч.д.а., раствор концентрации 200 г/дм<sup>3</sup>.

Ртуть по [ГОСТ 4658](#), Р0 или Р1.

Кадмий, ч.д.а.

Аммоний надсернокислый по [ГОСТ 20478](#), х.ч.

Аммоний хлористый по [ГОСТ 3773](#), х.ч., раствор массовой концентрации 250 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по [ГОСТ 22280](#), х.ч., раствор концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>.

Феноловый красный, ч.д.а., спиртовой раствор, приготовленный по [ГОСТ 4919.1](#).

Допускается применять импортные оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

### 3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Дополнительная подготовка проб и минерализация продуктов путем озоления - по [ГОСТ 26929](#).

При анализе поваренной соли минерализацию пробы не проводят.

### 3.2. Проверка и подготовка лабораторной посуды

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, азотной кислотой плотностью  $1,40 \text{ г/см}^3$ , несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона концентрации  $0,01 \text{ г/дм}^3$ . Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона концентрации  $0,30 \text{ г/дм}^3$  и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона концентрации  $0,01 \text{ г/дм}^3$ .

Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

### 3.3. Очистка инертного газа от кислорода

При наличии примеси кислорода более 0,001% газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

### 3.4. Очистка аммиака методом изотермической перегонки

На дно эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают  $500 \text{ см}^3$  водного аммиака по [ГОСТ 3760](#), а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с  $250 \text{ см}^3$  бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака массовой концентрации от 130 до  $150 \text{ г/дм}^3$ . Концентрацию аммиака в растворе уточняют по таблицам на основе измеренных ареометром показателей плотности.

### 3.5. Приготовление фоновых электролитов

3.5.1. Фоновый электролит А - смешанный раствор ортофосфорной кислоты концентрации  $c(\frac{1}{3} \text{H}_3\text{PO}_4)=1,3 \text{ моль/дм}^3$  и хлорной кислоты концентрации  $c(\text{HClO}_4)=0,7 \text{ моль/дм}^3$ : смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоты и бидистиллированную воду в соотношении 3:2:5.

Используют при анализе мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; молочных продуктов; желатина; мясных, мясорастительных консервов и пива; кондитерских изделия

й.



3.5.2. Фоновый электролит Б - раствор соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>: отмеривают пипеткой 8,2 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; желатина; виноматериалов; хлеба и хлебобулочных изделий; плодоовощных консервов.

3.5.3. Фоновый электролит В - раствор соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl})=0,4$  моль/дм<sup>3</sup>: отмеривают цилиндром 33 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки бидистиллированной водой.

Используют при анализе зерна и продуктов его переработки; хлеба, хлебобулочных и кондитерских изделий.

3.5.1-3.5.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5.4. Фоновый электролит Ж - раствор соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup> - готовят следующим образом: отмеривают цилиндром 16,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки бидистиллированной водой. Используют при анализе поваренной соли.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

### 3.6. Приготовление основного раствора кадмия

Основной раствор кадмия готовят следующим образом: 1,000 г металлического кадмия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании на электроплитке в 25 см<sup>3</sup> разбавленной (1:1) азотной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке со слабым нагревом до объема 3 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и вновь выпаривают до того же объема. Выпаривание повторяют еще два раза, добавляя каждый раз по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. После охлаждения добавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят бидистиллированной водой до метки.

Раствор хранят не более 1 года. Концентрация кадмия в основном растворе равна 1 мг/см<sup>3</sup>.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора кадмия. При изменении концентрации в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление проводят бидистиллированной водой, в остальных случаях - соответствующим фоновым электроли

том.

### 3.7. Приготовление контрольного раствора

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество кадмия, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

### 3.8. Приготовление испытуемого раствора

3.8.1. При использовании фонового электролита А золу, приготовленную по п.3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см<sup>3</sup> разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2 см<sup>3</sup> разбавленной хлорной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют 3 см<sup>3</sup> разбавленной ортофосфорной кислоты и 3 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают отстояться осадку. Раствор фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Тигель и фильтр смывают бидистиллированной водой, доводя объем до 10 см<sup>3</sup>.

3.8.2. При использовании фонового электролита Б золу, приготовленную по п.3.1, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см<sup>3</sup> разбавленной (1:1) соляной кислоты, раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см<sup>3</sup> и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании в 5 см<sup>3</sup> фонового электролита, охлаждают и фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, смывают тигель и фильтр фоновым электролитом и доводят объем раствора до 10 см<sup>3</sup>.

3.8.3. При использовании фонового электролита В золу, полученную по п.3.1, растворяют в тигле в 8 см<sup>3</sup> фонового электролита, внося его порциями по 2 см<sup>3</sup> и перемешивая стеклянной палочкой. После полного растворения золы раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, в мерную пробирку, смывают тигель и фильтр тем же раствором и доводят объем до 10 см<sup>3</sup>.

3.8.4. Предварительное экстракционное выделение кадмия используют в тех случаях, когда при полярографировании испытуемых растворов, приготовленных по пп.3.8.1-3.8.3, не удается получить четкий пик кадмия в связи с возникновением помех вследствие присутствия в золе мешающих элементов.

3.8.4.1. При анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, золу, полученную по п.3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см<sup>3</sup> разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 25 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и 2 г лимонной кислоты. После растворения лимонной кислоты добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора тимолового синего и доводят рН примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака при охлаждении пробы в ледяной бане. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего. Если при подщелачивании раствором аммиака образуется осадок, увеличивают количество добавляемой лимонной кислоты.

Раствор количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup> и смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой, объем доводят примерно до 150 см<sup>3</sup>.

Кадмий несколько раз экстрагируют раствором дитизона порциями по 5 см<sup>3</sup> до прекращения изменения цвета, встряхивая в делительной воронке каждый раз по 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>, затем - 0,2 г/дм<sup>3</sup>.

Дитизиновые экстракты собирают в делительной воронке, промывают 50 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и переносят в другую делительную воронку. Водный слой промывают 5 см<sup>3</sup> хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизиновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизиновыми экстрактами добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl})=0,2$  моль/дм<sup>3</sup>, встряхивают в течение 2 мин и оставляют до разделения слоев. Дитизиновый раствор в хлороформе отбрасывают.

Оставшийся в делительной воронке раствор соляной кислоты промывают 5 см<sup>3</sup> хлороформа. Хлороформ отбрасывают. Раствор фильтруют в тигель через обеззоленный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl})=0,2$  моль/дм<sup>3</sup>. Делительную воронку и фильтр смывают два раза бидистиллированной водой порциями по 10 см<sup>3</sup>. Промывные воды присоединяют к раствору соляной кислоты, выпаривают на электроплитке при слабом нагреве до объема около 1 см<sup>3</sup> и затем досуха на водяной бане.

Остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> фонового электролита Б.

(Измененная редакци

я, Изм. N 1).

3.8.4.2. При анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п.3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 7 см<sup>3</sup> разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 13 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и количественно переносят его в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой. Добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония, 1 см<sup>3</sup> раствора тимолового синего и доводят рН примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего.

Кадмий экстрагируют дитизоном и обрабатывают пробу по п.3.8.1.

3.8.5. При анализе поваренной соли 25,00 г соли растворяют в стакане в 200 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и вносят около 1 г надсернистого аммония. Присоединяют обратный холодильник и кипятят 30 мин. Охлажденный раствор фильтруют через фильтр, предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой, в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Смывают стакан и фильтр бидистиллированной водой и доводят объем раствора примерно до 400 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия. Раствор перемешивают после добавления каждого реактива, вводят 1 см<sup>3</sup> раствора фенолового красного и приливают раствор гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм<sup>3</sup> до появления фиолетовой окраски раствора, а затем приливают еще 5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. Полученный раствор перемешивают и несколько раз экстрагируют кадмий раствором дитизона в хлороформе порциями приблизительно по 5 см<sup>3</sup> до прекращения изменения цвета, встряхивая в делительной воронке каждый раз до 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>, затем - 0,2 г/дм<sup>3</sup>.

При анализе вакуум-выварочной соли обработку раствора серной кислотой и надсернистым аммонием не проводят.

Дитизоновые экстракты собирают в делительные воронки вместимостью 250 см<sup>3</sup> и приливают двумя порциями по 50 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Водный слой промывают 5 см<sup>3</sup> хлороформа и приливают его к объединенным экстрактам.

В делительную воронку с дитизоновыми экстрактами добавляют 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl})=0,2$  моль/дм<sup>3</sup> и интенсивно встряхивают в течение 2 мин. Реэкстракцию повторяют дважды. Объединенный реэкстракт фильтруют в мерную пробирку через фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом Ж, смывают фильтр тем же электролитом и доводят объем до 10 см<sup>3</sup>.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,6 до минус 1,0 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

#### 4.1.1. Прямое полярографирование

Используют в тех случаях, когда массовая доля кадмия в пробе обеспечивает получение четкого пика металла на полярограмме, а состав элементов в золе не создает помех.

Определение проводят следующим образом: в две конические колбы вместимостью 10 или 25 см<sup>3</sup> помещают по 4 см<sup>3</sup> контрольного или испытуемого раствора по пп.3.7 или 3.8. В первую колбу добавляют 1 см<sup>3</sup> соответствующего фонового электролита или бидистиллированной воды (при работе с фоновым электролитом А) и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика кадмия.

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор в таком количестве, чтобы высота пика кадмия на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см<sup>3</sup>), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют фоновый электролит или бидистиллированную воду (при работе с фоновым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5 см<sup>3</sup>. Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика кадмия.

4.1.2. Полярографирование с предварительным внесением кадмия в испытуемый раствор

Используют при анализе образцов с низкой массовой долей кадмия или в тех случаях, когда на полярограмме вследствие помех из-за сложного элементарного состава золы наблюдается только нечеткий изгиб в области пика кадмия.

Определение проводят следующим образом: в две конические колбы вместимостью 10 или 25 см<sup>3</sup> помещают по 4 см<sup>3</sup> контрольного или испытуемого раствора и добавляют минимальное количество кадмия (0,2-0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на полярограмме четкого пика кадмия.

Далее поступают, как указано в п.4.1.1.

Примечание. При работе по пп.3.8, 4.1.1 и 4.1.2 необходимые объемы жидкости отбирают только пипеткой.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю кадмия ( $X$ ) в млн<sup>-1</sup> (мг/кг) или массовую концентрацию ( $X$ ) в мг/дм<sup>3</sup> вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с погрешностью до 1 мм соответственно по формулам:

при прямом полярографировании по п.4.1.1:

$$X = \left[ \frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_{\text{к}} \right] : m;$$

$$X = \left[ \frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_{\text{к}} \right] : V;$$

при полярографировании по п.4.1.2:

$$X = \left[ \frac{m_1 \cdot H_1}{(H_2 - H_1)} - m_2 \right] \cdot \frac{V_0}{V_1 \cdot m};$$

$$X = \left[ \frac{m_1 \cdot H_1}{(H_2 - H_1)} - m_2 \right] \cdot \frac{V_0}{V_1 \cdot V};$$



где  $m$  - масса навески продукта, взятая для озоления, г;

$m_1$  - масса кадмия, добавленная перед вторым полярографированием, мкг;

$m_2$  - масса кадмия, предварительно добавленная для получения четкого пика кадмия, мкг;

$m_K$  - масса кадмия в контрольном растворе, мкг;

$V_0$  - общий объем испытуемого раствора, приготовленного из озоленной навески, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем продукта, взятый для озоления, см<sup>3</sup>;

$H_1$  - высота пика кадмия, полученная при первом полярографировании, мм;

$H_2$  - высота пика кадмия, полученная при втором полярографировании, мм.

Вычисление производят до третьего десятичного знака.

Примечание. При анализе поваренной соли:  $m$  - масса навески в пересчете на сухое вещество, г.

(Измененная редакция, Изм

. N 1).

5.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение ( $\bar{X}$ ) результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при  $P=0,95$  30% по отношению к среднему арифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

5.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли кадмия любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют  $\pm 0,08 \cdot \bar{X}$ .

5.4. Минимальная концентрация кадмия, определяемая указанным методом, составляет 0,02 мкг в см<sup>3</sup> полярографируемого раствора.

При анализе поваренной соли минимальная концентрация кадмия, определяемая данным методом, составляет 0,25 мкг в исследуемом объеме пробы массой 25 г [0,01 млн<sup>-1</sup> (мг/кг)].

(Измененная редакция, Изм. N 1).

5.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли кадмия одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет  $0,22 \cdot \bar{x}$ .

5.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60% по отношению к среднеарифметическому значению при  $P = 0,95$ .

## **6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАДМИЯ В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ**

Метод основан на предварительном концентрировании кадмия и последующем его определении на атомно-абсорбционном спектрофотометре в пламени ацетилен-воздух.

Метод используют при арбитражных анализах.

## 6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Ацетилен газообразный технический по [ГОСТ 5457](#).

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го и 3-го классов точности по [ГОСТ 24104](#).

Плитка электрическая с закрытой спиралью по [ГОСТ 14919](#).

Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева 100-200 °С.

Центрифуга лабораторная любого типа, обеспечивающая частоту вращения 6000 мин<sup>-1</sup>.

Воронки делительные ВД-1-50 ХС, ВД-1-500 ХС по [ГОСТ 25336](#).

Колбы мерные 2-100-2 и 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки стеклянные вместимостью 1, 2, 5, 10, 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Стаканчики для взвешивания СВ 24/10 по [ГОСТ 25336](#).

Стаканы В-1-2000 ТХС по [ГОСТ 25336](#).

Аммоний хлористый по [ГОСТ 3773](#), раствор с массовой долей 25%.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по [ГОСТ 22300](#), х.ч., или метилизобутилкетон по ТУ 6-09-14-32.

Вода бидистиллированная.

Магний сернокислый по [ГОСТ 4523](#), раствор концентрации  $c(\text{MgSO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кадмия окись по [ГОСТ 11120](#), х.ч.

Кислота азотная по [ГОСТ 11125](#), ос.ч., плотностью 1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по [ГОСТ 14261](#), ос.ч., или по [ГОСТ 3118](#), х.ч., плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и разбавленная бидистиллированной водой (1:1).

Натрия гидроокись по [ГОСТ 4328](#), растворы концентраций  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> и 3 моль/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсернокислый по [ГОСТ 20478](#), х.ч.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), х.ч., плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Натрий лимоннокислый по [ГОСТ 22280](#), раствор с массовой долей 50%.

Натрий хлористый, х.ч., для спектрального анализа.

Натрия диэтилдитиокарбамат по [ГОСТ 8864](#), раствор с массовой долей 1%, хранят в посуде из темного стекла.

Спирт этиловый ректификованный по [ГОСТ 18300](#).

Углерод четыреххлористый по [ГОСТ 20288](#).

Стандартные растворы кадмия.

Раствор 1, содержащий 1 г кадмия в 1 раствора; готовят следующим образом: растворяют 1,1420 г окиси кадмия в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и разбавляют объем полученного раствора бидистиллированной водой до 1 дм

Раствор 2, содержащий 1 мкг кадмия в 1 см<sup>3</sup> раствора; готовят путем отбора 10 см<sup>3</sup> раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. От полученного раствора отбирают 10 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки.

Раствор 3, содержащий 0,1 мкг кадмия в 1 см<sup>3</sup> раствора; готовят путем отбора 10 см<sup>3</sup> раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доведения объема раствора бидистиллированной

водой до метки.

## 6.2. Подготовка к испытанию

### 6.2.1. Подготовка лабораторной посуды

Вымытую стеклянную посуду дополнительно промывают хромовой смесью, раствором азотной кислоты, ополаскивают дистиллированной, а затем бидистиллированной водой и высушивают.

### 6.2.2. Приготовление растворов сравнения

При содержании кадмия в поваренной соли более 0,1 мг/кг (1-й вариант) в делительные воронки вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают по 10,00 г хлористого натрия, растворяют примерно в 400 см<sup>3</sup> воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 12 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 10 см<sup>3</sup> лимоннокислого натрия, 6 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=1$  моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают. Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 10 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в другую делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Водный слой промывают 2 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют кадмий 1,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют и сливают в стаканчик для взвешивания.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов кадмия, см <sup>3</sup>			
	Раствор 2		Раствор 3	
	1-й вариант	2-й вариант	1-й вариант	2-й вариант
1	-	-	9	1
2	-	-	-	8
3	2,0	1,5	-	-
4	2,5	3,0	-	-
5	3,0	5,0	-	-

При содержании в поваренной соли кадмия менее 0,1 мг/кг (2-й вариант) в стаканы помещают по 150 г хлористого натрия, растворяют примерно в 1 дм<sup>3</sup> воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, по 3 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния. Нагревают и из кипящего раствора осаждают гидроксид магния прибавлением 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=3$  моль/дм<sup>3</sup>. Осадку дают осесть, сливают прозрачный раствор сифоном, оставшуюся часть раствора отделяют от осадка центрифугированием. Осадок растворяют в соляной кислоте, приливая ее по каплям до полного растворения осадка.

Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до объема примерно 30 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=1$  моль/дм<sup>3</sup>, содержимое встряхивают до полного растворения выпавшего осадка, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 4 см<sup>3</sup> бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают 10 мин. После разделения слоев водный слой отбрасывают, а органический сливают в сухой стаканчик для взве

шивания.

### *6.2.3. Приготовление контрольных растворов*

Контрольный раствор 1 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор пробы. Готовят, используя все растворы, применяемые при приготовлении испытуемых растворов в последовательности, указанной в п.6.2.4.

Контрольный раствор 2 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор сравнения. Готовят, используя все реактивы (кроме стандартных растворов кадмия), применяемые при приготовлении растворов сравнения в последовательности, указанной в п.6.2.2.

#### 6.2.4. Приготовление испытуемых растворов

При массовой доле кадмия в поваренной соли более 0,1 мг/кг (1-й вариант) навеску поваренной соли массой 10,00 г растворяют в 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и вносят около 1 г надсернистого аммония, кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор фильтруют через промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой фильтр в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора бидистиллированной водой примерно до 400 см<sup>3</sup>. Приливают 12 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=3$  моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают. Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 10 мин.

После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в другую делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Водный слой промывают 2 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода и объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют кадмий 1,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

При анализе чренной и вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 10,00 г помещают в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют примерно в 400 см<sup>3</sup> воды, приливают 12 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 6 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=1$  моль/дм<sup>3</sup>, тщательно перемешивают. Далее испытания проводят, как указано в п.6.2.2 (1-й вариант).

При массовой доле кадмия в поваренной соли менее 0,1 мг/кг (2-й вариант) навеску поваренной соли массой 150,00 г растворяют в примерно 600 см<sup>3</sup> воды, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, вносят около 2 г надсернистого аммония.

Кипятят раствор в течение 30 мин. Разбавляют водой до объема примерно 1 дм<sup>3</sup>, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора сернистого магния (при содержании в поваренной соли магния более 0,016% прибавление раствора сернистого магния излишне). Нагревают до кипения и из кипящего раствора осаждают гидроокись магния прибавлением 16 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=3$  моль/дм<sup>3</sup>. Далее поступают, как описано выше при приготовлении растворов сравнения (2-й вариант).

При анализе вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 150,00 г помещают в стакан, растворяют примерно в 1 дм<sup>3</sup> воды, приливают 3 см<sup>3</sup>

раствора сернокислого магния (при содержании в поваренной соли магния более 0,016% прибавление сернокислого магния излишне). Нагревают до кипения и из кипящего раствора осаждают гидроксид магния прибавлением 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=3$  моль/дм<sup>3</sup>. Далее испытания проводят, как указано в п.6.2.2 (2-й вариант).

Допускается использование физических методов разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, ультразвук), обеспечивающих полноту разрушения около 98%. В этом случае испытания ведутся так же, как при определении кадмия в вакуу

м-выварочной и чречной соли.

### 6.3. Проведение испытания

Включают атомно-абсорбционный спектрофотометр, прогревают и настраивают его в соответствии с инструкцией по эксплуатации на резонансную линию 228,3 нм. Фотометрируя воду, устанавливают нуль абсорбции (во 2-м варианте нуль абсорбции устанавливают, фотометрируя бутиловый эфир уксусной кислоты). Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации кадмия, затем распыляют контрольные и испытуемые растворы. Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промывать небольшим количеством воды (для 2-го варианта - этилового спирта).

Допускается использовать вместо бутилового эфира уксусной кислоты метилизобутилкетон.

### 6.4. Обработка результатов

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения кадмия в микрограммах (мкг), а по оси ординат - соответствующие значения абсорбции с учетом результатов контрольного опыта. Содержание кадмия в испытуемом растворе поваренной соли в микрограммах (мкг) находят по градуировочному графику.

Массовую долю кадмия ( $X_1$ ) в млн<sup>-1</sup> (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m},$$



где  $m_1$  - содержание кадмия в исследуемой пробе, определенное по градуировочному графику, мкг;

$m$  - масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов ( $X_1'$ ) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при доверительной вероятности  $P = 0,95$  30% по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

Минимальная концентрация кадмия, определяемая данным методом по 1-му варианту, составляет  $9 \cdot 10^{-4}$  мкг в исследуемом объеме пробы массой 10 г [ $0,09 \cdot 10^{-4}$  млн $^{-1}$  (мг/кг)] и по 2-му варианту - 0,099 мкг в исследуемом объеме пробы массой 150 г [ $6,6 \cdot 10^{-4}$  млн $^{-1}$  (мг/кг)].

Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60% по отношению к среднеарифметическому значению при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Разд.6. (Введен дополнительно, Изм. N 1).

Текст документа сверен по:

официальное издание

Сырье и продукты пищевые. Методы определения токсичных элементов: Сб. ГОСТов. -

М.: ИПК Издательство стандартов, 2002