

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
НПП «Буревестник», ОАО
А.Н. Межевич

«27»

2005 г.



УТВЕРЖДАЮ

Главный врач
ФГУЗ «Центр гигиены
и эпидемиологии в городе
Санкт-Петербург»

Ю.Н. Коржаев
2005 г.



ОТЧЕТ

о проведении научно-практической работы «Проведение сличительных испытаний по определению кадмия и свинца в пищевых продуктах методом атомно-абсорбционной спектрометрии и инверсионной вольтамперометрии с использованием микроволнового разложения проб»

В соответствии с Соглашением от 11 марта 2005 г. НПП «Буревестник», ОАО и ФГУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в городе Санкт-Петербург» проводили сличительные испытания по определению Cd и Pb в пробах пищевых продуктов методами атомно-абсорбционной спектрометрии и инверсионной вольтамперометрии с использованием микроволнового разложения проб. Целью данной работы являлось обоснование внедрения высокоэффективного микроволнового разложения проб в практику лабораторий, использующих инверсионно-вольтамперометрические приборы для определения микроконцентраций токсичных элементов – кадмия, свинца. Данные исследования позволяют создавать комбинированные методики, позволяющие использовать любое оборудование для пробоподготовки (от электроплиток и муфельных печей до МВ-минерализаторов) и при этом получать точные и воспроизводимые результаты, что в свою очередь способствует ускорению анализа из-за сокращения времени, затрачиваемого на пробоподготовку.

Испытания проводились на базе отдела электрохимических приборов и устройств НПП «Буревестник», ОАО и лаборатории исследования пищевых продуктов, сырья и ядохимикатов ФГУЗ ЦГЭ в городе Санкт-Петербург.

1. В 1 кв. 2005 г. проводился анализ литературных данных о возможности определения тяжелых металлов в пищевых продуктах методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) после микроволновой (МВ) минерализации. Был проведен

обзор 15 современных литературных публикаций, касающихся микроволнового разложения проб, его преимуществ и возможностей комбинирования с различными инструментальными методами анализа объектов. Анализируя данные, был сделан вывод, что задача анализа проб пищевых продуктов методом ИВ после их МВ разложения не является однозначной по следующим причинам:

- несовпадение рН пробы после МВ разложения с требуемым значением для ИВ анализа;
- неполное разрушение матрицы проб после МВ минерализации, что существенно для ИВ анализа.

Был сделан вывод о необходимости проведения дополнительной обработки проб после МВ разложения для их последующего ИВ анализа на анализаторе с целью получения достоверных результатов.

2. Во 2-м и 3-м кварталах 2005 г. проводилась подготовка проб различных типов объектов: пищевых продуктов, фиточая и биологически активных добавок методом микроволнового разложения в системе “Multiwave” ф. Perkin Elmer (на базе лаборатории исследования пищевых продуктов, сырья и ядохимикатов ФГУЗ ЦГЭ в городе Санкт-Петербург). Далее минерализованные пробы анализировались на содержание кадмия и свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) в лаборатории исследования пищевых продуктов, сырья и ядохимикатов ФГУЗ ЦГЭ в городе Санкт-Петербург и методом инверсионной вольтамперометрии в отделе электрохимических приборов и устройств НПП «Буревестник», ОАО. Общее количество проб, подвергшихся испытаниям - 30 шт.

2.1 Инверсионно-вольтамперметрическое исследование образцов проводилось по следующим этапам:

- ИВ измерение пробы без какой-либо дополнительной обработки;
- ИВ измерение пробы, разбавленной 1:2 фоновым электролитом;
- ИВ измерение пробы, разбавленной 1:5 фоновым электролитом;
- ИВ измерение пробы, разбавленной 1:10 фоновым электролитом;
- ИВ измерение пробы после предварительного выпаривания на водяной бане.

При каждом измерении наблюдали за характером вольтамперных кривых: угол наклона и воспроизводимость кривой, положение и полуширина пиков.

По результатам исследований подтвердилось предположение о необходимости проведения дополнительной обработки проб после МВ разложения для ИВ анализа. В соответствии с полученными данными наилучшие результаты были получены при использовании разбавления проб фоновым электролитом 1:10 или же после

дополнительного выпаривания. При этом, вольтамперные кривые проб, подвергшихся выпариванию, имеют наилучшие характеристики: минимальный угол наклона, удовлетворительная повторяемость.

2.2 Проведена оценка качества результатов испытаний для каждой лаборатории в соответствии с МИ 2417-97, при этом величина Z-индекса была менее двух, что свидетельствовало об удовлетворительных показаниях обеих лабораторий по определению кадмия и свинца различными инструментальными методами анализа с использованием МВ озоления проб. Сравнительные данные по усредненным результатам измерений представлены в таблице 1. Нормативные документы (НД), согласно которым проводилась оценка погрешности определения концентрации элементов: ГОСТ 30178-96 для атомно-абсорбционного метода, ГОСТ Р 51301-99 для инверсионно-вольтамперометрического метода.

Таблица 1.

Наименование объекта	Наименование определяемого показателя	ФГУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в г.Санкт-Петербург»		НПП «Буревестник», ОАО	
		Результаты испытаний, мг/кг	Погрешность определения по НД, мг/кг	Результаты испытаний, мг/кг	Погрешность определения по НД, мг/кг
Листья малины	Свинец	1,06	0,28	0,80	0,34
	Кадмий	0,22	0,071	0,22	0,103
Хлеб	Свинец	0,40	0,1	0,37	0,16
	Кадмий	0,020	0,0064	0,019	0,0089
Карамель	Свинец	0,69	0,18	0,57	0,24
	Кадмий	0,030	0,0096	0,020	0,0094
Колбаса	Свинец	0,42	0,11	0,49	0,21
	Кадмий	0,021	0,0068	0,024	0,011
Фиточай № 10	Свинец	0,49	0,13	0,36	0,18
	Кадмий	0,15	0,048	0,13	0,055
Фиточай № 11	Свинец	0,21	0,055	0,27	0,13
	Кадмий	0,12	0,038	0,12	0,05
Фиточай № 20	Свинец	0,52	0,13	0,46	0,23
	Кадмий	0,13	0,042	0,13	0,055

Выводы:

1. Качество результатов, полученных в лабораториях НПП «Буревестник», ОАО и ФГУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в городе Санкт-Петербург» по определению кадмия и свинца в пробах пищевых продуктов, можно считать удовлетворительными.

2. Сличительные испытания проб пищевых продуктов при их анализе методами ААС и ИВ после МВ минерализации показали удовлетворительную воспроизводимость результатов.
3. В связи с особенностями ИВ анализа предложен и апробирован вариант дополнительной обработки проб после МВ озоления: выпаривание проб на водяной бане с целью удаления паров кислот и приведения рН проб к необходимому значению. Данная дополнительная обработка незначительно (на 30-40 мин.) увеличивает продолжительность пробоподготовки, что является несущественным по сравнению с «классическим» способом обработки проб пищевых продуктов (высокотемпературное сжигание в муфельной печи), длительность которого может составлять до 2-х суток в зависимости от типа пробы.
4. Полученные результаты позволяют использовать МВ минерализацию проб пищевых продуктов перед их ИВ анализом, что обеспечит внедрение современного высокоэффективного способа пробоподготовки в практику лабораторий, использующих ИВ метод анализа различных объектов, в т.ч. и пищевых продуктов.

Предложения:

1. По результатам научно-практической работы предлагается разработать и выпустить дополнение к Методикам выполнения измерений (МВИ), разрабатываемым НПП «Буревестник», ОАО, включающее описание использования закрытых систем (МВ минерализаторы, автоклавы) для пробоподготовки проб пищевых продуктов перед их ИВ измерением.
2. В связи с актуальностью анализа мышьяка в пищевых продуктах предлагаем провести научно-практическую работу по сличительным испытаниям определения мышьяка в пищевых продуктах методами ААС и ИВ с использованием МВ разложения проб.

От НПП «Буревестник», ОАО:

зав. отделом электрохимических
приборов и устройств

 М.А.Соколов

зав. лабораторией

 Н.А.Алексеева

От ФГУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в городе Санкт-Петербург»:

зав. отделением исследования
пищевых продуктов, сырья и
ядохимикатов

 А.И.Копылова

химик-эксперт

 Т.В.Никитина

 ВМ/26/12/05