

**Государственный комитет санитарно-эпидемиологического
надзора Российской Федерации**

**Федеральные санитарные правила, нормы, гигиенические
нормативы**

**Определение нитратов и нитритов в рыбе и
рыбопродуктах**

**Методические указания по методам контроля
МУК 4.4.1.010—93**

Издание официальное

Москва • 1993

Определение нитратов и нитритов в рыбе и рыбопродуктах.—М.: Информационно-издательский центр Госкомсанэпиднадзора России, 1993.—16 с.

Методические указания разработаны:

Всероссийским научно-исследовательским институтом ирригационного рыбоводства (кандидат ветеринарных наук Шахмурзов М. М., кандидат химических наук Призенко В. К., Викторова Н. Ф.);

Институтом питания РАМН (доктор биологических наук Жукова Г. Ф., кандидат медицинских наук Хотимченко С. А.).

Сдано в набор 27.12.93
Формат 60х90/16
Печ. л. 0,6

Подписано в печать 29.12.93
Отпечатано на ризографе
Тираж 245 экз.

Уч. изд. л. 1,1
Заказ 000/

© Информационно-издательский центр
Госкомсанэпиднадзора России

УТВЕРЖДАЮ

Председатель Государственного комитета санитарно-эпидемиологического надзора Российской Федерации, Главный государственный санитарный врач Российской Федерации

Е. Н. Беляев

15 декабря 1993 года

МУК 4.4.1.010—93

Дата введения: с момента утверждения

Определение нитратов и нитритов в рыбе и рыбопродуктах

Методические указания по методам контроля

Общие положения

Интенсификация сельскохозяйственного производства часто приводит к загрязнению водоемов, особенно закрытых, расположенных на территории сельскохозяйственных угодий, нитратами. Повышенное содержание нитратов в воде рыбоводческих хозяйств может приводить к накоплению нитратов и нитритов в организме рыб и в дальнейшем – к эндогенному образованию канцерогенных нитрозаминов в рыбе и к экзогенному их образованию в рыбопродуктах при технологической и кулинарной переработке рыбы. В связи с этим контроль за содержанием нитратов и нитритов в рыбе и рыбопродуктах является не только актуальным, но и необходимым.

Однако до настоящего времени не существовало единого метода определения нитратов и нитритов в рыбе и рыбопродуктах, применяемого всеми службами, осуществляющими контроль за рыбопродуктами.

С введением Методических указаний появляется возможность получения данных о содержании нитратов и нитритов в рыбе и рыбопродуктах с целью дальнейшего решения вопроса

Издание официальное Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Госкомсанэпиднадзора России.

о целесообразности разработки ПДК нитратов и нитритов в этом виде продукции.

Методические указания по определению нитратов и нитритов в рыбе и рыбопродуктах предназначены для учреждений санэпиднадзора, ветеринарной службы, других ведомств осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов, а также специалистов, занимающихся рыбоводством и переработкой рыбы.

1. Сущность метода

1.1. Сущность метода определения нитритов заключается в экстрагировании их водой, очистке экстракта и фотометрическом измерении интенсивности окраски, образующейся при взаимодействии нитрит-иона (NO_2) с ароматическими аминами.

Нижний предел определения нитритов - 0,5 мг/кг.

1.2. Сущность метода определения нитратов заключается в экстрагировании их водой, очистке экстракта, количественном восстановлении нитратов в нитриты на кадмиевой колонке с последующим фотометрическим измерением интенсивности окраски азосоединения, образующегося при взаимодействии нитритов с ароматическими аминами.

Нижний предел определения нитратов - 1,5 мг/кг.

2. Отбор и подготовка проб

Отбор проб рыбных продуктов слагается из нескольких этапов: отбора транспортных упаковок, отбора пробы и навесок для анализа. Каждая из перечисленных операций должна производиться в строгом соответствии с требованиями ГОСТов на исследуемые продукты: ГОСТ 7631—73 «Рыба, продукты из рыбы, морских млекопитающих и беспозвоночных» и ГОСТ 8756—70 «Продукты пищевые консервированные».

Отобранные в соответствии с указаниями образцы рыбы, продуктов из рыбы, морских млекопитающих и беспозвоночных, подлежащих исследованию, упаковывают каждый в отдельности в пергаментную бумагу или в целлофан, затем в плотную оберточную бумагу, перевязывают бечевкой. Для упаковки можно использовать также стеклянные банки с притертыми крышками или плотно закрывающимися корковыми пробками. Образцы доставляют в лабораторию для анализа сразу же после отбора проб, в случае длительной транспортировки их охлаж-

дают до температуры 2—4 °С, используя для этой цели холодильники или соответствующие приспособления.

К исследованию образцов следует приступать в день доставки их в лабораторию. При отсутствии такой возможности образцы должны храниться при температуре, предусмотренной при хранении данной продукции, не более 3-х суток со времени отбора среднего образца.

Рыбу, отобранную для исследования, размораживают, очищают от механических загрязнений и чешуи. Обмывание рыбы не допускается.

Для исследования крупной рыбы берут только мясо без кожи и костей. Для этого от рыбы отделяют голову и плавники, разрезают тушку по брюшку и удаляют все внутренности: разрезают продольным разрезом по спинке и удаляют позвоночник и, по возможности, все ребра, а мясо вместе с подкожным жиром тщательно соскабливают с кожи. Мелкую рыбу исследуют целиком.

При весе неразделанного экземпляра рыбы свыше 500 г после разделки берут для дальнейшего измельчения только одну продольную половину рыбы. При весе одной продольной половины рыбы свыше 1 кг ее разрезают на поперечные куски шириной 2—4 см и берут для анализа мясо от половины всего числа кусков через один.

Мелкую неразделанную рыбу или пробу мяса крупной рыбы дважды пропускают, как можно быстрее, через мясорубку. Фарш тщательно промешивают и из разных мест отбирают навеску в соответствии с прописью выбранного метода.

При исследовании консервов из рыб или морских животных из содержимого всех банок, выделенных в качестве среднего образца, после определения соотношения составных частей (жидкой или твердой) готовят одну общую пробу. Специи (лук, перец и др.) должны быть удалены из рыбы. Твердую часть консервов быстро пропускают два раза через мясорубку, смешивают с жидкой частью и растирают по частям в фарфоровой ступке до состояния однородной массы. Консервы, имеющие заливку, рассол можно измельчать на аппарате «Измельчитель тканей». Из подготовленной таким образом пробы отбирают навески для последующих определений.

3. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределом допустимой погрешности ± 2 мг.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания до 1000 г и пределом допустимой погрешности ± 75 мг.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с метрологическими характеристиками по ГОСТ 12083—78 с устройством для отсчитывания значений оптической плотности и светофильтром с макс. -540 ± 20 нм (зеленый) или светофильтром для измерения в видимой области спектра.

Иономер, в том числе рН метр.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678—77.

Бумага индикаторная универсальная рН 1—12 по ТУ 6—09—1181—76.

Баня водяная с терморегулятором.

Колонка для восстановления нитратов (рис. 1).

Пипетки или бюретки, дозаторы вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 см³ по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры мерные вместимостью 25, 50, 100, 250, 500, 1000 см³ по ГОСТ 1770—74.

Колбы конические вместимостью 50, 100, 200, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 1770—74.

Стаканы химические вместимостью 50, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 25336—82.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Палочки стеклянные.

Аммиак водный плотностью 0,88 г/см³ по ГОСТ 3760—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Динатриевая соль этилендиамина тетрауксусной кислоты $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Кадмий сернокислый, $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ или хлористый, $\text{CdCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 4456—75.

Калий азотнокислый, KNO_3 по ГОСТ 4217—77.

Калий железистосинеродистый, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 4207—75.

Кислота серная, H_2SO_4 х. ч. по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная, HCl плотностью 1,19 г/см³, по ГОСТ 3118—77.

Кислота сульфаниловая, $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 5281—78.

1-Нафтиламин гидрохлорид $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}_2 \cdot \text{HCl}$ по ТУ 6—09—07—661—76.

Кислота уксусная ледяная CH_3COOH плотностью $0,96 \text{ г/см}^3$ по ГОСТ 61—75

Медь сернокислая, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 4165—78.

Натрий азотистокислый, NaNO_2 по ГОСТ 4197—74.

Натрий гидроксид, NaOH по ГОСТ 4328—77.

Натрий тетраборнокислый (бура) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 4199—74.

Сульфаниламид или (1-нафтил) этилендиамин дигидрохлорид (НЭДА) $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ по ТУ 7—09—2544—72.

Цинк гранулированный или в палочках по ГОСТ 989—75.

Цинк уксуснокислый $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ по ГОСТ 5823—78.

Все используемые реактивы должны быть квалификации «чда» или «хч».

4. Требования техники безопасности при проведении испытаний

Помещение, в котором проводится определение нитритов и нитратов, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

Работу с кадмием, солями кадмия, 1-нафтиламином и НЭДА необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории с использованием индивидуальных средств защиты.

5. Подготовка к испытанию

5.1. Приготовление растворов

5.1.1. Растворы для осаждения белков.

5.1.1.1. Раствор уксуснокислого цинка. 220 г уксуснокислого цинка растворяют в смеси воды и 30 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до 1000 см^3 дистиллированной водой.

5.1.1.2. Раствор железистосинеродистого калия: 106 г железистосинеродистого калия растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см^3 дистиллированной водой.

5.1.1.3. Насыщенный раствор буры: 50 г буры растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды и охлаждают до 20°C .

5.1.2. Раствор гидроксида натрия: 30 г гидроксида натрия растворяют в воде и доводят объем раствора до 100 см^3 .

5.1.3. Буферный раствор pH 9,6—9,7. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 600 см^3 воды, 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, встряхивают и добавляют 135 см^3 аммиака водного (плотностью $0,88 \text{ г/см}^3$). Пере-

мешивают, проверяют рН раствора потенциометрически и доводят при необходимости до рН 9,6—9,7. Объем раствора доводят до 1000 см³ водой.

5.1.4. Раствор кадмия сернокислого: 80 г кадмия сернокислого растворяют в воде и доводят объем раствора до 1000 см³.

5.1.5. Раствор сернокислой меди: 20 г сернокислой меди растворяют в воде и доводят объем до 1000 см³.

5.1.6. Раствор Трилона Б: 33,5 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем до 1000 см³.

5.1.7. Раствор для обработки кадмиевой колонки: смешивают 50 см³ раствора трилона Б (п. 5.1.6), 20 см³ 0,1 Н раствора соляной кислоты (п. 5.1.12) и доводят объем раствора до 1000 см³.

5.1.8. Стандартные растворы нитрата калия.

5.1.8.1. Основной стандартный раствор, содержащий 1 мг(NO₃)/см³.

1,630 г калия азотнокислого, перекристаллизованного из воды и высушенного до постоянной массы при 105—110 °С, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки. Раствор хранят в холодильнике до 6 месяцев.

5.1.8.2. Рабочий стандартный раствор, содержащий 10 мкг(NO₃)/см³.

Пипеткой вносят 10 см основного стандартного раствора (п. 5.1.8.1) в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 20 см³ буфера (п. 5.1.3) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.1.9. Стандартные растворы нитрата натрия.

5.1.9.1. Основной стандартный раствор, содержащий 0,2 мг(NO₂)/см³.

0,150 г нитрита натрия, перекристаллизованного из воды и высушенного до постоянной массы при 105—110 °С, вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в холодильнике не более недели.

5.1.9.2. Рабочий стандартный раствор, содержащий 2 мкг(NO₂)/см.

Пипеткой вносят 10 см основного стандартного раствора (п. 5.1.9.1) в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 20 см³ буфера (п. 5.1.3) и доводят объем до метки дис-

тиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.1.10. Растворы для проведения цветной реакции.

5.1.10.1. Раствор 1: 1,0 г сульфаниламида растворяют в 20 см³ воды, добавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты, доводят до 200 см³ дистиллированной водой.

5.1.10.2. Раствор 2: 0,100 г 1-нафтил-этилендиамин дигидрохлорида (НЭДА) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 50 см³, доводят дистиллированной водой до метки. Оба раствора хранят в холодильнике в склянках из темного стекла до года.

5.1.10.3. Приготовление реактива Грисса.

Растворяют 2,1 г сульфаниловой кислоты в 200 см³ горячей дистиллированной воды и после охлаждения добавляют 50 см³ ледяной уксусной кислоты. Растворяют 0,521 г 1-нафтиламина гидрохлорида в 50 см³ ледяной уксусной кислоты в мерной колбе вместимостью 200 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой. Хранят в холодильнике и используют в течение двух недель.

Объединяют оба раствора в мерной колбе вместимостью 500 см³ и доводят до метки ледяной уксусной кислотой, перемешивают и, если необходимо, фильтруют (реактив Грисса). Раствор готовят за день до использования.

5.1.11. Раствор соляной кислоты 2Н:

160 см³ соляной кислоты концентрированной растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

5.1.12. Раствор соляной кислоты 0,1Н:

50 см³ раствора соляной кислоты (п. 5.1.11) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки.

5.1.13. Раствор соляной кислоты:

445 см³ соляной кислоты концентрированной (плотность 1,19 г/с) растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

5.2. Подготовка пористого кадмия.

Гранулы цинка (250—300 шт) распределяют по дну кристаллизатора и заливают 1000 см³ сернокислого кадмия (п. 5.1.4). Через 24 часа остаток цинка отделяют от кадмия пинцетом, кадмий промывают водой декантацией 2—3 раза. Кадмий переносят с помощью 0,1 Н раствора HCl (п. 5.1.12) в гомогенизатор и измельчают до получения частиц размером 0,3—0,8 мм. Измельченный кадмий переносят в коническую

колбу вместимостью 250 см³, оставляют на 12 часов под слоем 0,1 Н раствора соляной кислоты. Затем кадмий промывают декантацией дистиллированной водой. После этого добавляют 150—200 см³ раствора азотнокислой меди (п. 5.1.5), вращательными движениями перемешивают содержимое в течение 1 мин. Декантируют раствор серноокислой меди и промывают омедненный кадмий дистиллированной водой несколько раз, отделяя при этом мелкую фракцию и следя за тем, чтобы он все время был покрыт водой. Мелкую фракцию и отходы кадмия необходимо хранить в бутылки под водой с плотно закрытой пробкой и под тягой.

5.3. Подготовка кадмиевой колонки.

Собирают систему согласно рис. 1. На дно стеклянной колонки помещают тонкий слой стеклянной ваты, колонку заполняют водой и вносят суспензию кадмия фарфоровой ложкой на высоту 15—17 см. При заполнении колонки дают воде периодически стекать, чтобы уровень заполнения воды не опускался ниже поверхности слоя кадмия. Слой кадмия во время заполнения периодически перемешивают стеклянной палочкой, чтобы в колонке не оставалось пузырьков газа.

Колонку, заполненную свежеприготовленным обмедненным пористым кадмием, обрабатывают следующим образом: пропускают через слой кадмия смесь, состоящую из 750 см³ дистиллированной воды, 225 см³ рабочего раствора нитрата калия (п. 5.1.8.2), 20 см³ буферного раствора (п. 5.1.3) и 20 см³ раствора трилона Б (п. 5.1.6), со скоростью 3—4 см³/мин, после чего промывают кадмиевую колонку 250—450 см³ дистиллированной водой до полного удаления нитритов. Кадмий в колонке хранят под слоем воды.

5.4. Проверка восстановительной способности кадмиевой колонки.

Восстановительную способность кадмиевой колонки проверяют перед началом и концом анализа ежедневно.

5.4.1. В резервуар колонки пипеткой вносят 20 см³ рабочего раствора нитрата калия (п. 5.1.8.2) и 5 см³ буферного раствора (п. 5.1.3). Устанавливают скорость элюции 3—4 см³/мин и собирают элюат в мерную колбу вместимостью 100 см³. Когда резервуар опустеет, стенки ее дважды смывают дистиллированной водой порциями по 15 см³ и пропускают воду через слой кадмия. После того, как соберут около 100 см³ элюата, удаляют колбу из под колонки, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.4.2. Проводят контрольное определение, повторяя операцию, как указано в п. 5.4.1, используя вместо стандартного раствора 20 см³ воды.

5.4.3. В две мерные колбы вместимостью по 50 см³ вносят пипеткой по 25 см³ стандартного (п. 5.4.1) и контрольного (п. 5.4.2) элюата и далее проводят определение нитритов, как указано в п. 5.6.1.1 либо в п. 5.6.1.2. Если концентрация (NO₂), определенная по градуировочному графику, меньше 0,67 мкг/см³ (90 %), колонку следует регенерировать.

5.5. Регенерирование кадмиевой колонки.

Колонку промывают последовательно 100 см³ раствора по п. 5.1.7. 25 см³ раствора соляной кислоты (п. 5.1.12), 50 см³ дистиллированной воды и 25 см³ буфера (п. 5.1.13), разбавленного 1 : 9, 40 см³ трилона Б (п. 5.1.6) со скоростью 6 см³/мин. Если эффективность колонки и после этого окажется неудовлетворительной, то кадмий переносят из колонки в химический стакан, заливают на ночь раствором 2 Н соляной кислоты (п. 5.1.11). Затем промывают дистиллированной водой до отсутствия хлорид ионов и сернистой меди и снова заполняют колонку, как указано в п. 5.3. Пропускают через колонку смесь 750 см³ дистиллированной воды, 100 см³ рабочего стандартного раствора нитратов (п. 5.1.3) и 2 см³ раствора трилона Б (п. 5.1.6) со скоростью 6 см³/мин. Затем промывают колонку водой до полного удаления нитратов и снова проверяют восстановительную способность кадмия.

5.6. Построение градуировочного графика для определения нитритов.

5.6.1. В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ пипеткой вносят 0 (контрольный раствор), 0,5; 2,5; 5; 10; и 20 см³ стандартного раствора нитрита натрия (5.1.9.2), что соответствует 0; 0,02; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 мкг нитрита в см³ раствора.

5.6.1.1. Проведение реакции с реактивом НЭДА.

В каждую колбу добавляют дистиллированной воды до 30 см³, пипеткой вносят 5 см³ раствора (5.1.10.1) и 1 см³ раствора соляной кислоты (5.1.13), перемешивают и оставляют при комнатной температуре в темноте на 5 мин. Затем добавляют пипеткой 1 см³ раствора 2 (5.1.10.2), перемешивают, оставляют в темноте при комнатной температуре на 10 мин, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при 538 нм в кюветах с рабочей длиной 50 мм или на фотоэлектрокалориметре с зеленым светофильтром в кюветах с рабочей длиной 50 мм. Контролем

служит раствор, не содержащий нитритов. Измерение следует проводить в течение полчаса со времени выдержки.

5.6.1.2. Проведение реакции с реактивом Грисса.

В каждую колбу вносят пипеткой 10 см³ реактива Грисса (5.1.10.3), перемешивают и оставляют в темноте на 60 мин, доводят до метки дистиллированной водой. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 522 нм в кюветках с рабочей длиной 50 мм или на фотозлектрокалориметре с зеленым светофильтром с рабочей длиной 50 мм. Контролем служит раствор, не содержащий нитритов. Измерение следует проводить в течение 0,5 ч со времени выдержки.

5.6.2. По полученным средним значениям из двух параллельных определений строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают содержание в измеряемом растворе нитритов (0,0; 0,02; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 мкг/см³), по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

6. Проведение испытания

6.1. К навеске 20 г исследуемого продукта (п. 2), взятой в калибровочную колбу вместимостью 200 см³, добавляют 100 см³ теплой (50—60 °С) дистиллированной воды, 5 см³ насыщенного раствора буры (5.1.1.3), перемешивают, нагревают на кипящей водяной бане 15 мин, периодически встряхивая, затем охлаждают до 20±2 °С тщательно перемешивают; последовательно добавляя по 2 см³ раствора 5.1.1.1 и 2 см³ раствора 5.1.1.2, доводят до метки и выдерживают 30 мин при 20±2 °С. Затем содержимое колбы пропускают через складчатый фильтр. При получении мутного фильтра, экстракцию необходимо повторить, при этом целесообразно использовать большое количество осадителей или добавить дополнительно 2—5 см³ раствора гидроксида натрия (п. 5.1.2) до pH 9.

Фильтрат используют для определения нитратов и нитритов.

6.2. *Определение нитритов.*

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 20 см³ фильтрата (п. 6.1) и проводят цветную реакцию аналогично п. 5.6.1.1 с реактивом НЭДА либо по п. 5.6.1.2 с реактивом Грисса.

Контролем служит раствор, в котором вместо фильтра использован соответствующий объем дистиллированной воды.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массовую концентрацию нитрит-иона.

6.3. Определение нитратов.

Перед началом работы и после анализа каждой пробы кадмиевую колонку промывают последовательно 25 см³ 0,1 Н раствором соляной кислоты (п. 5.1.12), 50 см³ дистиллированной воды и 25 см³ разбавленного (1 : 9) аммиачного буфера (п. 5.1.3).

6.3.1. В химический стакан вносят 20 см³ буфера (п. 5.1.3), раствор переносят в резервуар колонки и пропускают через слой кадмия со скоростью 3—4 см³/мин. Элюат из колонки собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Стаканчик и резервуар дважды смывают порциями дистиллированной воды по 15 см³ и также пропускают через слой кадмия. Затем заполняют резервуар водой и продолжают элюирование. После наполнения около 80 см³ элюата колбу удаляют, к полученному элюату добавляют 10 см³ раствора (5.1.10.1) и 2 см³ раствора соляной кислоты (5.1.13), перемешивают и оставляют при комнатной температуре в темноте на 5 мин. Затем добавляют пипеткой 2 см³ раствора 5.1.10.2, перемешивают, оставляют в темноте при комнатной температуре на 10 мин, доводят до метки дистиллированной водой. Измерение оптической плотности полученного раствора проводят в сравнении с контрольной пробой, используя при этом 20 см³ элюата, полученного при пропускании дистиллированной воды через колонку.

7. Обработка результатов

7.1. Массовую концентрацию нитритов (X) в мг/кг продукта (в пересчете на нитрит-ион) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_1 \cdot V_1 \cdot V_2}{m \cdot V_3}, \text{ где}$$

C₁ — массовая концентрация нитритов, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

V₁ — общий объем экстракта, см³;

V₂ — объем калориметрируемого раствора, см³;

m — масса навески образца, взятого на анализ, г;

V₃ — объем фильтрата 1, взятый на цветную реакцию, см³.

7.2. Массовую концентрацию нитратов (Y) в мг/кг (в расчете на нитрат-ион) вычисляют по формуле:

$$Y = 1,35x \frac{C_2 \cdot V_1 \cdot V_5 \cdot V_7}{m \cdot V_4 \cdot V_6} - X, \text{ где}$$

C - массовая концентрация нитритов, найденная по градуировочному графику, $\text{мкг}/\text{см}^3$;

V_1 - общий объем экстракта, см^3 ;

V_4 - объем фильтрата, взятый на восстановление на колонку, см^3 ;

V_5 - общий объем элюата, см^3 ;

V_6 - объем элюата, взятый на цветную реакцию, см^3 ;

m - масса навески пробы, взятой на анализ, г;

X - массовая концентрация нитритов по п. 7.1, $\text{мг}/\text{кг}$;

1,35 - коэффициент перевода нитритов в нитраты.

7.3. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение из двух определений.

Относительное стандартное отклонение при определении нитратов в интервале от 1-50 $\text{мг}/\text{кг}$ - 10 %, нитритов в интервале от 0,5-10 $\text{мг}/\text{кг}$ - 7 %.

8. Восстановление отходов кадмия

Отходы и мелкую фракцию металлического кадмия поместить в химический стакан и при перемешивании добавить 80 см^3 воды. Из капельной воронки при размешивании медленно и осторожно прикапать 200 см^3 10 %-ной азотной кислоты. Когда весь кадмий растворится (через 30-45 мин) добавить 40 см^3 32 %-ного раствора гидроксида натрия, при этом выпадает осадок гидроксида кадмия. Оставить стоять в течение часа при комнатной температуре. Образовавшийся осадок отфильтровывать на воронке Бюхнера в вакууме несколько раз до отсутствия нитритов (п. 5.6.1.1, либо 5.6.1.2). Отфильтрованный осадок перенести в химический стакан на 1000 см^3 , добавить 100 см^3 20 %-ной серной кислоты и при перемешивании довести до полного растворения. Установить в раствор два стержня. В качестве анода - цинковый стержень, в качестве катода - палочки металлического кадмия.

Анод помещают в мешочек из нескольких слоев марли, в котором задерживается восстановленный кадмий. Электролизер питается от любого источника постоянного тока. Напряжение в цепи не должно превышать 3,0 В (рис. 2).

Образующиеся в процессе электролиза игольчатые кристаллы собирают, промывают несколько раз дистиллированной водой, и далее обрабатывают пористый кадмий по п. 5.2.

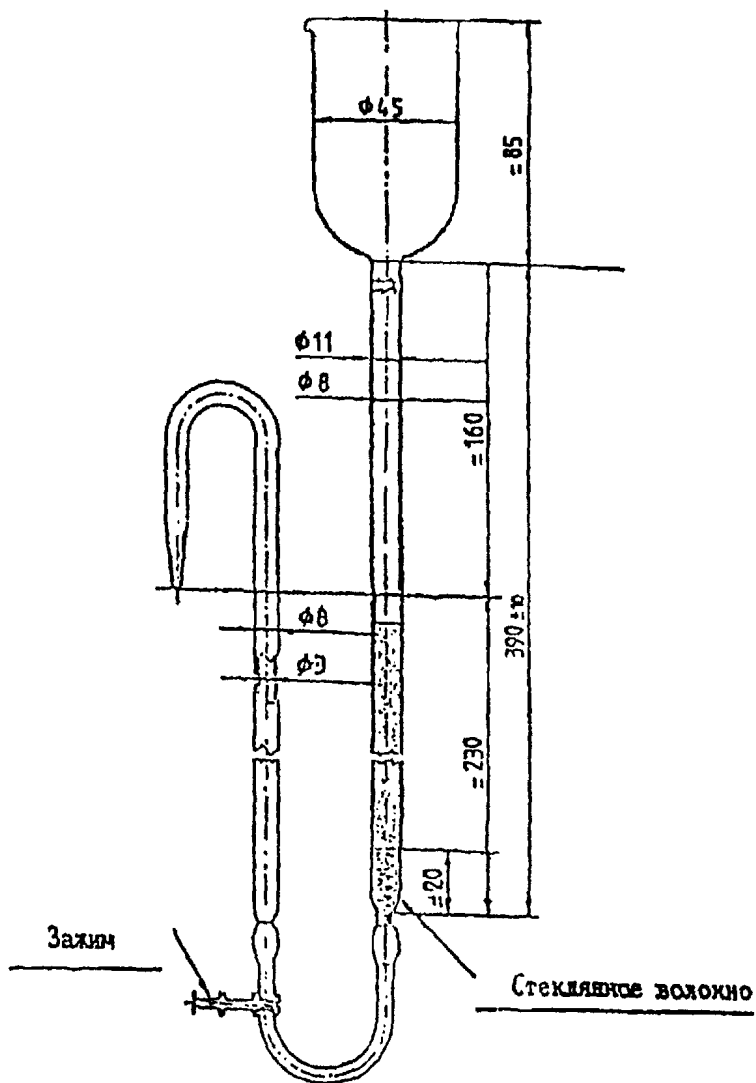


Рис. 1. Колонка для восстановления нитратов.

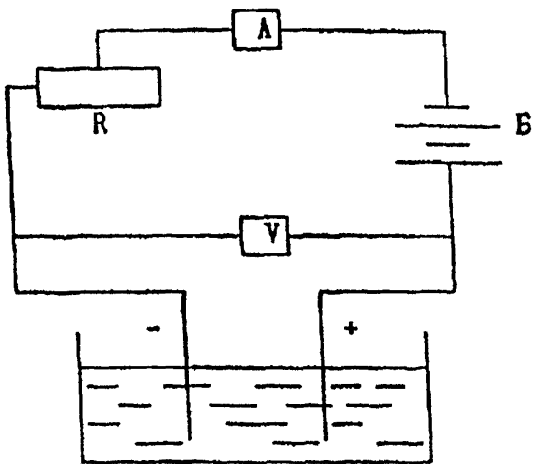


Рис. 2. Схема установки для получения электролитического кадмия.