

ГОСТ 26931-86

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения меди

Raw material and food-stuffs.

Methods for determination of copper

ОКСТУ 9109, 9209

Дата введения	1986-12-01
для продуктов детского питания и сырья для их производства	1986-12-01;
для консервов и винодельческой продукции и сырья для их производства	1988-07-01;
для других пищевых продуктов и сырья	1989-07-01

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 от 25.06.86 N 1733

3. ВЗАМЕН [ГОСТ 14353-74](#) и [ГОСТ 5370-58](#) в части метода определения меди

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195-77	2.2
ГОСТ 949-73	2.2
ГОСТ 1770-74	2.2, 3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 2405-88	2.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 3.2, 6.1
ГОСТ 3760-79	2.2, 3.2
ГОСТ 3773-72	2.2, 6.1
ГОСТ 4165-78	2.2, 3.2, 6.1
ГОСТ 4204-77	2.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 4328-77	6.1
ГОСТ 4461-77	2.2
ГОСТ 4658-73	2.2
ГОСТ 5962-67	4.2

ГОСТ 6552-80	2.2
ГОСТ 6709-72	2.2, 3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 8864-71	3.2, 6.1
ГОСТ 9147-80	2.2
ГОСТ 9293-74	2.2
ГОСТ 10652-73	3.2
ГОСТ 10929-76	4.2
ГОСТ 11125-84	2.2, 6.1
ГОСТ 13861-89	2.2
ГОСТ 14261-77	2.2, 6.1
ГОСТ 14919-83	2.2, 6.1
ГОСТ 17435-72	2.2
ГОСТ 18300-87	3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 18481-81	2.2
ГОСТ 20288-74	3.2, 4.2, 6.1

ГОСТ 20478-75	2.2
ГОСТ 21400-75	3.2
ГОСТ 22280-76	6.1
ГОСТ 22300-76	6.1
ГОСТ 24104-88	2.2, 3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 24363-80	2.2
ГОСТ 25336-82	2.2, 3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 26929-94	2.3.4, 3.3.3.1
ТУ 6-09-01-755-88	2.2, 3.2
ТУ 6-09-14-32-76	6.1
ТУ 6-09-50-77-87	2.2
ТУ 6-09-53-60-87	3.2
ТУ 25-1819.0021-90	4.2
ТУ 25-1894.003-90	4.2

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 полярографический и колориметрические методы определения меди.

Колориметрический метод с дибензилдитиокарбаматом цинка распространяется только на винодельческую продукцию и пиво.

1. МЕТОД ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

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

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

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

При анализе поваренной соли используют метод, основанный на растворении поваренной соли в воде, разрушении органических соединений и определении меди полярографированием в режиме переменного тока.

2.2. 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; 2-500-2 и 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Колбы с тубусом 1-250 или 1-500 по [ГОСТ 25336](#).

Воронки Бюхнера 1 или 2 по [ГОСТ 9147](#).

Колбы конические Кн-2-150-18 и Кн-2-250-18, Кн-2-10-18 и Кн-2-25-18 по [ГОСТ 25336](#).

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

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Холодильник обратный ХШ-500-29/32 ХС по [ГОСТ 25336](#).

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

Ареометры без шара А1 -1, набор с пределами измерений от 700 до 1840 кг/м³, по [ГОСТ 18481](#).

Универсальная индикаторная бумага.

Фильтры обеззоленные диаметром 5,5 и 9 см, "синяя лента".

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

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Калия гидроокись по [ГОСТ 24363](#), ч.д.а., гранулированная и раствор концентрации 600 г/дм³.

Пирогаллол А, ч.д.а., раствор концентрации 250 г/дм³.

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

Аммиак водный по [ГОСТ 3760](#), ч.д.а., плотностью 0,91 г/см³.

Аммоний хлористый по [ГОСТ 3773](#), х.ч.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ТУ 6-09-01-755, ч.д.а., или аммоний лимоннокислый, ч.д.а., раствор концентрации 200 г/дм³.

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/см³ и разбавленная водой (1:1) и (1:2).

Кислота ортофосфорная по [ГОСТ 6552](#), х.ч., плотностью 1,72 г/см³, разбавленная водой (1:3).

Кислота соляная, ос.ч., по [ГОСТ 14261](#) или кислота соляная по [ГОСТ 3118](#), х.ч., плотностью 1,19 г/см³, разбавленная водой (1:1) и раствор концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), х.ч., плотностью 1,84 г/см³.

Кислота хлорная, х.ч., плотностью 1,25 г/см³, раствор с массовой долей 57% или кислота хлорная, ч.д.а., плотностью 1,32 г/см³, раствор с массовой долей 42%; раствор, разбавленный водой при использовании кислоты, квалификации х.ч. (10:9) или ч.д.а. (10:4).

Натрий сернистоокислый (сульфит) безводный по [ГОСТ 195](#), ч.д.а., раствор концентрации 201,6 г/дм³, свежеприготовленный.

Медь серноокислая пятиводная по [ГОСТ 4165](#), х.ч.

Ртуть по [ГОСТ 4658](#), Р0 или Р1.

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

(Измененная редакция, Изм

. N 1).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Очистка инертного газа от кислорода

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

2.3.2. Приготовление фоновых электролитов

2.3.2.1. Фоновый электролит А - смешанный раствор ортофосфорной кислоты концентрации $c(\frac{1}{3} \text{H}_2\text{PO}_4)=1,3$ моль/дм³ и хлорной кислоты концентрации $c(\text{HClO}_4)=0,7$ моль/дм³; смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоты и воду в соотношении 3:2:5.

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

й.

2.3.2.2. Фоновый электролит Б - раствор соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³: отмеривают пипеткой 8,2 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

Используют при анализе виноматериалов, хлеба и хлебобулочных продуктов.

2.3.2.3. Фоновый электролит В - раствор соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl})=0,4$ моль/дм³: отмеривают цилиндром 33 см³ кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки водой.

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

2.3.2.4. Фоновый электролит Г - раствор хлористого аммония концентрации $c(\text{NH}_4\text{Cl})=1$ моль/дм³ и аммиака концентрации $c(\text{NH}_3)=1$ моль/дм³: 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. В колбу добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 17 г аммиака. Необходимый объем раствора аммиака рассчитывают на основе измеренных ареометром показателей плотности (около 75 см³). Объем в колбе доводят водой до метки.

Используют при анализе мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; молока и молочных продуктов; желатина; мясных, мясорастительных и плодоовощных консервов; пива, винодельческих продукто

в.

2.3.2.1-2.3.2.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.3.2.5. Фоновый электролит Д - раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм^3 , содержащий серную кислоту и надсерноокислый аммоний; готовят следующим образом: $50,00 \text{ г}$ хлористого натрия количественно переносят в коническую колбу вместимостью 2 дм^3 , растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды, приливают 10 см^3 раствора серной кислоты и вносят около 10 г надсерноокислого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин , охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют дистиллированной водой до метки.

2.3.2.6. Фоновый электролит Е - раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм^3 ; готовят следующим образом: $50,00 \text{ г}$ хлористого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 , растворяют в бидистиллированной воде и доводят до метки. Используют при анализе вакуум-выварочной и чрениной соли.

2.3.2.5, 2.3.2.6. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

2.3.3. Приготовление основного раствора меди

Серноокислую медь дважды перекристаллизовывают и высушивают в эксикаторе до постоянной массы.

$3,929 \text{ г}$ серноокислой меди растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , добавляют 1 см^3 серной кислоты плотностью $1,84 \text{ г/см}^3$ и доводят объем водой до метки.

Основной раствор хранят не более 1 года. Концентрация меди в основном растворе равна 1 мг/см^3 .

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

2.3.4. Минерализация

Минерализацию проб проводят сухим способом по [ГОСТ 26929](#).

При анализе поваренной соли минерализацию пробы не проводят.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2.3.5. Приготовление контрольного раствора

Проверяют каждую новую партию реактивов.

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

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

2.3.6. Приготовление испытуемого раствора

2.3.6.1. При использовании фонового электролита А золу, приготовленную по п.2.3.4, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см³ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2 см³ разбавленной хлорной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют 3 см³ ортофосфорной кислоты, 3 см³ воды, тщательно перемешивают и дают отстояться осадку. Раствор фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Тигель и фильтр смывают водой, доводя объем до 10 см³.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 3 мкг/см³. В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом.

2.3.6.2. При использовании фонового электролита Б золу, приготовленную по п.2.3.4, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании на водяной бане в 5 см³ 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 см³.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 2 до 8 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.2.3.6.1.

2.3.6.3. При использовании фонового электролита В золу, приготовленную по п.2.3.4, растворяют в 8 см³ фонового электролита, внося его порциями по 2 см³ 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 см³.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 2 до 8 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.2.3.6.1.

2.3.6.4. При использовании фонового электролита Г при анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, золу, приготовленную по п.2.3.4, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см³ разбавленной соляной кислоты. Раствор нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, смывая тигель несколько раз водой. К раствору в колбе добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 0,43 г аммиака. Необходимый объем этого раствора рассчитывают по его плотности, измеренной ареометром. Объем раствора в колбе доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 0,1 до 4 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.2.3.6.1.

2.3.6.5. При использовании фонового электролита Г при анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п.2.3.4, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют в 4 см³ раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³, добавляют 4 см³ раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, смывая его несколько раз фоновым электролитом. Если появляется помутнение раствора, объем добавляемого лимоннокислого аммония следует увеличить до 5 см³. Объем раствора в колбе доводят до метки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 0,1 до 4 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.2.3.6.1.

(Измененная редакция, Изм. N

1).

2.3.6.6. При анализе поваренной соли 5,00 г соли растворяют в 200 см³ дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 см³, приливают 1 см³ раствора серной кислоты и вносят около 1 г надсернистого аммония. Присоединяют обратный холодильник и кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный раствор фильтруют через промытый соляной кислотой (1:1) и дистиллированной водой фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см³, смывают колбу и фильтр дистиллированной водой и объем доводят до метки. Концентрация меди в растворе должна быть 0,1-4,0 мкг/см³. В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом Д.

При анализе вакуум-выварочной соли обработку раствора соли кипячением с серной кислотой и надсернистым аммонием не проводят, а разбавление проводят фоновым электролитом Е.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

2.4. Проведение испытания

Измерение проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см³.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,1 до минус 0,5 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

При анализе поваренной соли используют электролизер вместимостью 25 см³, полярограмму записывают при напряжении от минус 0,1 до минус 0,4 В.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2.4.1. Полярографирование при использовании фоновых электролитов А, Б и В

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора по пп.2.4.2.1-2.4.2.3. В первую колбу добавляют 1 см³ соответствующего фонового электролита или 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 водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика меди.

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор меди в таком количестве, чтобы высота пика меди на полярограмме удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см³), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют фоновый электролит или воду (при работе с фоновым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5 см³. Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика меди.

2.4.2. Полярографирование при использовании фонового электролита Г

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 8 см³ контрольного или испытуемого раствора по пп.2.3.6.4 или 2.3.6.5 и 1 см³ раствора сульфита натрия. В первую колбу добавляют 1 см³ воды.

Раствор переносят в электролизер, предварительно промытый как в п.2.4.1, полярографируют и измеряют высоту пика меди.

Во вторую колбу вносят добавку так же, как в п.2.4.1. Далее поступают как с раствором без добавки. При работе по пп.2.3.6.1-2.3.6.5 и п.2.4 необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками.

2.4.3. Полярографирование при использовании фоновых электролитов Д и Е

25 см³ испытуемого раствора с помощью пипетки вносят в электролизер, предварительно промытый водой и полярографируемым раствором. Пропускают инертный газ в течение 10 мин, полярографируют и измеряют высоту пика меди.

Далее в электролизер вносят добавку - стандартный раствор меди в таком объеме, чтобы высота пика меди на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 0,5 см³), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита.

Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика меди.

Аналогично проводят полярографирование контрольного раствора.
(Введен дополнительно, Изм. N 1).

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю меди (X) в млн⁻¹ (мг/кг) или массовую концентрацию (X) в мг/дм³ вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0 \cdot B}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_K \right] : m,$$

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0 \cdot B}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_K \right] : V,$$

где m_1 - масса меди, добавляемая перед вторым полярографированием, мкг;

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

m_K - масса меди в контрольном растворе, мкг;

H_1 - высота пика меди, полученная при первом полярографировании, мм;

H_2 - высота пика меди, полученная при втором полярографировании, мм;

V_0 - общий объем раствора, приготовленного из озоленной навески, см³;

V_1 - объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования, см³;

V - объем продукта, взятый для озоления, см³;

B - кратность дополнительного разведения при большой массовой доле меди в испытуемом растворе.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы и последующем измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия желтого цвета.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Баня водяная.

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

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

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и светофильтром с $\lambda_{\max} = (440 \pm 5)$ нм или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра по нормативно-технической документации.

Часы песочные на 1 мин.

Штатив химический.

Воронки В-25-38 ХС, В-36-50 ХС, В-100-150 ХС, ВД-1-250 ХС или ВД-3-250 ХС, ВД-1-1000 ХС, или ВД-3-1000 ХС по [ГОСТ 25336](#).

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Палочки стеклянные по [ГОСТ 21400](#).

Стаканы В-1-50 ТХС, В-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС, В-1-1000 ТХС по [ГОСТ 25336](#).

Цилиндры 1- 250 или 3-250, 1-500 или 3-500 по [ГОСТ 1770](#).

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Аммиак водный по [ГОСТ 3760](#), ч.д.а., разбавленный водой (2:3).

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ТУ 6-09-01-755, ч.д.а.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#), х.ч., раствор (1:1).

Натрия диэтилдитиокарбамат по [ГОСТ 8864](#), ч.д.а., раствор концентрации 10 г/дм³. Хранят в посуде из темного стекла не более 7 сут.

Медь сернокислая пятиводная по [ГОСТ 4165](#), х.ч., дважды перекристаллизованная и высушенная в эксикаторе до постоянной массы.

Хлороформ или углерод четыреххлористый по [ГОСТ 20288](#).

Трилон Б по [ГОСТ 10652](#), ч.д.а.

Спирт этиловый по [ГОСТ 18300](#).

Фенолфталеин по ТУ 6-09-53-60, раствор в этиловом спирте концентрации 10 г/дм³.

Фильтры обеззоленные диаметром 7 см, "синяя лента".

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

(Измененная редакция, Изм. N 1)

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. Приготовление основного раствора меди с концентрацией меди 1 мг/см³

Раствор готовят по п.2.3.3.

3.3.2. Приготовление смешанного раствора трилона Б и лимоннокислого аммония

В мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 100 г лимоннокислого аммония и 25 г трилона Б, взвешенных с погрешностью не более ±0,1 г, растворяют и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см³, добавляют 0,5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 50 см³ растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронку интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Нижний слой сливают и отбрасывают. В делительную воронку вносят 50 см³ растворителя, встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают и отбрасывают. Последнюю операцию повторяют до получения бесцветного нижнего слоя. Раствор хранят не более 2 мес.

3.3.3. Минерализация

3.3.3.1. Минерализацию проводят по [ГОСТ 26929](#).

3.3.3.2. Аналогично готовят контрольную пробу, используя применяемые для минерализации реактивы, прибавляя их в тех же объемах и последовательности, что и при минерализации пробы.

3.3.4. Подготовка испытуемых растворов

Золу, приготовленную сухой минерализацией по п.3.3.3, растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты, нагревая на кипящей водяной бане.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, большем 40 мкг, раствор золы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора до метки с помощью дистиллированной воды.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, меньшем 40 мкг, раствор золы используют для последующего испытания целиком без дополнительного разведения.

Раствор, полученный в результате мокрой минерализации или кислотной экстракции, используют для проведения испытания без дополнительной обработки.

3.3.5. Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика

3.3.5.1. 1 см³ основного раствора меди, приготовленного по п.2.3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят перед использованием.

3.3.5.2. В делительные воронки вместимостью 250 см³ каждая помещают 0,5; 1; 2; 3 и 4 см³ раствора, приготовленного по п.3.3.5.1, т.е. соответственно 5, 10, 20, 30 и 40 мкг меди.

3.3.5.3. В каждую делительную воронку помещают 10 см³ смешанного раствора лимоннокислого аммония и трилона Б, две капли раствора фенолфталеина, раствор перемешивают, нейтрализуют, добавляя по каплям раствор аммиака до появления окраски, охлаждают и добавляют дистиллированную воду до объема около 100 см³. Затем в делительные воронки вводят 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 15 см³ растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. В делительные воронки помещают 10 см³ растворителя, встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают в ту же мерную колбу. В случае необходимости объем раствора в колбе доводят до метки с помощью растворителя и перемешивают.

3.3.5.4. Контрольный раствор готовят аналогично без введения раствора меди.

3.3.5.5. Содержимое колб с растворами сравнения и контрольным раствором фильтруют через сухой бумажный фильтр в кюветы. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектрическом колориметре с применением светофильтра с $\lambda_{\max} = (440 \pm 5)$ нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм или на спектрофотометре при длине волны 440 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 10 мм.

Примечание. Для жировых продуктов используют кюветы с расстоянием между рабочими гранями 50 и 20 мм при измерении на колориметре и спектрофотометре соответственно.

3.3.5.6. Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массы меди в мкг, введенные в растворы сравнения, на оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности.

Примечание. При подготовке растворов по пп.3.3.5.1-3.3.5.3 необходимые объемы жидкостей отбирают только пипетками. Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика повторяют при смене партии диэтилдитиокарбамата натрия, лимоннокислого аммония или трилона Б.

3.4. Проведение испытаний

3.4.1. Для испытания растворов по п.3.3.4 с ожидаемым содержанием в них меди, большим 40 мкг, в делительную воронку вместимостью 250 см³ помещают аликвотный объем испытуемого раствора, содержащий от 10 до 40 мкг меди.

Для испытания растворов по п.3.3.4 с ожидаемым содержанием в них меди, меньшим 40 мкг, содержимое колбы Кьельдаля или чашки с раствором золы количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³ с помощью дистиллированной воды.

Далее согласно п.3.3.5.3.

3.4.2. Контрольный раствор готовят аналогично из контрольной пробы по п.3.3.3.2.

3.4.3. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, как указано в п.3.3.5.5.

3.4.4. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу меди.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю меди (X_1) в млн⁻¹ (мг/кг) или массовую концентрацию (X_2) в мг/дм³ при испытании растворов по п.3.3.4 с использованием аликвотного объема вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 50}{V_1 \cdot m}; \quad X_2 = \frac{m_1 \cdot 50}{V_1 \cdot V},$$

где m_1 - масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

50 - общий объем минерализата, см³;

V_1 - аликвотный объем минерализата, см³;

m - масса навески продукта, взятой для минерализации, г;

V - объем продукта, взятый для минерализации, см³.

Массовую долю меди (X_3) в млн⁻¹ (мг/кг) или массовую концентрацию (X_4) в мг/дм³ при испытании с использованием всей минерализованной пробы вычисляют по формулам:

$$X_3 = \frac{m_1}{m}; \quad X_4 = \frac{m_1}{V},$$

где m_1 - масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

m - масса навески продукта, взятой для минерализации, г;

V - объем продукта, взятый для минерализации, см³.

4. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИБЕНЗИЛДИТИОКАРБАМАТОМ ЦИНКА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения меди с дибензилдитиокарбаматом цинка желтого цвета.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром с $\lambda_{\max} = (440 \pm 5)$ нм по нормативно-технической документации.

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

Баня водяная.

Колбы 1-100-2 или 2-100-2, 1-1000-2 или 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Цилиндры 1-50 или 3-50 по [ГОСТ 1770](#).

Воронки ВД-1-100 ХС или ВД-3-100 ХС, ВД-1-250 ХС или ВД-3-250 ХС по [ГОСТ 25336](#).

Пробирки П-4 по [ГОСТ 25336](#).

Пробирки центрифужные с притертыми пробками вместимостью 100 см³, диаметром 44 мм.

Часы песочные на 2 мин или секундомер по ТУ 25-1819.0021, ТУ 25-1894.003.

Центрифуга лабораторная.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по [ГОСТ 25336](#).

Фильтры обеззоленные.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), х.ч., и растворы концентраций 100 г/дм³ и $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001$ моль/дм³.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Спирт этиловый по [ГОСТ 5962](#)* или по [ГОСТ 18300](#).

* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ Р 51652-2000](#).

Углерод четыреххлористый по [ГОСТ 20288](#).

Дибензилдитиокарбамат цинка, раствор в четыреххлористом углероде 0,5 г/дм³.

Водорода перекись по [ГОСТ 10929](#).

Спирт гексиловый (гексанол 1).

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

(Измененная редакция, Изм. N

1).

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Приготовление основного раствора меди с концентрацией 1 мг/см³

Раствор готовят по п.2.3.3.

4.3.2. Подготовка напитков

Винодельческую продукцию фильтруют и далее проводят анализ без минерализации. При испытании бутылку с пивом охлаждают в холодильнике до (3 ± 2) °С, энергично взбалтывают и после прекращения выделения пузырьков газа открывают бутылку.

4.3.3. Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика

4.3.3.1. 10 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и объем доводят до метки раствором серной кислоты $0,001 \text{ моль/дм}^3$.

4.3.3.2. $0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0$ и $3,5 \text{ см}^3$ раствора, полученного по п.4.3.3.1, что соответствует $5, 10, 15, 20, 25, 30$ и 35 мкг меди, переносят в делительные воронки вместимостью 100 см^3 , в каждую воронку вносят 5 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3 , 10 см^3 раствора дибензилдитиокарбамата цинка, взбалтывают 2 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Затем фильтруют нижний слой через сухую воронку, в которую вложен небольшой сухой ватный тампон, в сухую пробирку. Оптическую плотность полученных растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору с применением светофильтра с $\lambda_{\text{max}} = (440\pm 5) \text{ нм}$ в кювете с расстоянием между рабочими гранями 10 мм . Контрольный раствор готовят точно так, как растворы сравнения, но только вместо растворов сернистой меди берут такой же объем раствора серной кислоты концентрации $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ моль/дм}^3$.

(Измененная редакция, Изм.

№ 1).

4.3.3.3. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массы меди в мкг , введенные в растворы сравнения, по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности.

4.4. Проведение испытания

4.4.1. При испытании винодельческой продукции в делительную воронку вместимостью 250 см³ отмеривают 5 см³ предварительно отфильтрованного напитка, при массовой концентрации меди более 6 мг/дм³ - 2,5 см³, вносят 40-50 см³ воды, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³, 10 см³ раствора дибензилдитиокарбамата цинка. Взбалтывают 2 мин, добавляют 5 см³ этилового спирта (для красных вин 10 см³) и оставляют для расслаивания. Затем фильтруют нижний слой через сухую воронку с небольшим ватным тампоном в сухую пробирку.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, который готовят из 50 см³ воды и тех же растворов, которые применялись для приготовления испытуемого раствора.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу меди.

Примечание. Оставшаяся после расслаивания в делительной воронке в нижнем слое незначительная эмульсия не будет мешать определению. Частички водной фазы в слое четыреххлористого углерода при фильтрации останутся на ватном тампоне.

4.4.2. При испытании пива в центрифужную пробирку с притертой пробкой вносят 5 см³ пива, подготовленного по п.4.3.2, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³, 0,5 см³ перекиси водорода и одну каплю гексанола.

Пробирку выдерживают 30 мин в кипящей водяной бане, охлаждают в проточной воде 5 мин, добавляют около 50 см³ воды, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³ и 10 см³ раствора дибензилдитиокарбамата цинка. Пробирку встряхивают 4 раза по 1 мин, периодически приоткрывая пробку, и оставляют для разделения слоев. Затем центрифугируют 2 мин при 2500 мин⁻¹, отбирают пипеткой нижний слой, который переносят через воронку с бумажным фильтром в пробирку. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, как указано в п.4.3.3.2, и находят массу меди по градуировочному графику.

Контрольный раствор готовят из 50 см³ воды и всех реактивов, которые применялись для приготовления испытуемого растр

ора.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

4.5. Массовую концентрацию меди (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{V},$$

где m - масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

V - объем напитка, взятый для определения, см³.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Вычисление производят до второго десятичного знака.

5.2. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов (\bar{X}) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20% по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

5.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли меди любой пробы при допускаемых методиками изменениях влияющих факторов составляют $\pm 0,05 \bar{X}$.

5.4. Минимальная масса меди, определяемая колориметрическими методами, составляет 5 мкг в колориметрируемом объеме.

Минимальная концентрация меди, определяемая полярографическим методом, составляет 0,1 мкг/см³ полярографируемого раствора, приготовленного на фоновом электролите Г, 0,2 мкг/см³ - на фоновом электролите А и 2,0 мкг/см³ - на фоновых электролитах Б и В.

При анализе поваренной соли минимальная концентрация меди составляет 0,4 мкг/см³ полярографируемого раствора, приготовленного на фоновых электролитах Д и Е.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

5.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли меди одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,14 \bar{X} .

5.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 40% по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

5.7. Полярографический метод, изложенный в п.2, и колориметрические методы, изложенные в пп.3 и 4, не имеют между собой систематических различий.

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Метод основан на предварительном концентрировании меди и последующем ее определении на атомно-абсорбционном спектрофотометре в пламени ацетилен-воздух. Метод используют при арбитражных анализах.

6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 3-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г 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⁻¹.

Воронки делительные ВД-1-50 ХС, ВД-1-200 ХС, ВД 1-500 ХС или ВД 3-50 ХС, ВД 3-200 ХС, ВД 3-500 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 см³.

Стаканчики для взвешивания СВ-241 по [ГОСТ 25336](#).

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

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

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

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Кислота азотная по [ГОСТ 11125](#), ос.ч., плотностью 1,40 г/см³.

Кислота соляная по [ГОСТ 14261](#), ос.ч., или по [ГОСТ 3118](#), х.ч., плотностью 1,19 г/см³ и разбавленная (1:1).

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), х.ч., плотностью 1,84 г/см³.

Медь сернокислая по [ГОСТ 4165](#), х.ч.

Натрия гидроксид по [ГОСТ 4328](#), х.ч., растворы концентраций $c(\text{NaOH})=1$ и 3 моль/дм³.

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

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

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

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

Углерод четыреххлористый по [ГОСТ 20288](#).

Стандартные растворы меди.

Раствор 1, содержащий 1 мг меди в 1 см³ раствора; готовят следующим образом: растворяют 3,929 г сернокислой меди в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, добавляют 1 см³ серной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор 2, содержащий 10 мкг меди в 1 см³ раствора; готовят путем отбора 10 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доведения объема раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор 3, содержащий 1 мкг меди в 1 см³ раствора; готовят путем отбора 10 см³ раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доведения объема раствора до метки дистиллированной вод

ой.

6.2. Подготовка к испытанию

6.2.1. Подготовка лабораторной посуды

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

6.2.2. Приготовление растворов сравнения

При массовой доле меди в поваренной соли более 0,1 мг/кг (1-й вариант) в делительные воронки вместимостью 250 см³ помещают по 9,50 г хлористого натрия, растворяют примерно в 100 см³ воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 5 см³ раствора лимоннокислого натрия, 3 см³ раствора хлористого аммония, 3 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ и тщательно перемешивают. Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см³ бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения фаз органический слой отделяют.

При массовой доле меди в поваренной соли менее 0,1 мг/кг (2-й вариант) в делительные воронки вместимостью 500 см³ помещают по 12,00 г хлористого натрия, растворяют примерно в 400 см³ воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 12 см³ раствора хлористого аммония, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия, 6 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH})=1$ моль/дм³ и тщательно перемешивают. Приливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в другую делительную воронку вместимостью 50 см³. Водный слой промывают 2 см³ четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют медь 1,5 см³ соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, реэкстракты объединяют.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов меди, см ³			
	Раствор 2		Раствор 3	
	1-й вариант	2-й вариант	1-й вариант	2-й вариант
1	-	-	1	0,5
2	-	-	4	3,5
3	1,3	0,6	-	-
4	1,6	0,8	-	-
5	-	1,0	-	-

6.2.3. Приготовление контрольных растворов

Контрольный раствор 1 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор пробы. Готовят растворы, используя все реактивы, 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 меди), применяемые при приготовлении растворов сравнения в последовательности, указанной в п.6.2.2.

6.2.4. Приготовление испытуемых растворов

При массовой доле меди в поваренной соли более 0,1 мг/кг (1-й вариант) навеску поваренной соли массой 9,50 г растворяют в 200 см³ воды, приливают 1,0 см³ серной кислоты, вносят около 1 г надсернистого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³ и разбавляют объем полученного раствора примерно до 100 см³ дистиллированной водой. Приливают 5 см³ раствора гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH})=3$ моль/дм³, 6 см³ раствора хлористого аммония, 5 см³ раствора лимоннокислого натрия и тщательно перемешивают. Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см³ бутилового эфира уксусной кислоты. Встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения фаз органический слой отделяют.

При анализе вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 2,50 г помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, растворяют примерно в 100 см³ воды, приливают 5 см³ раствора лимоннокислого натрия и далее анализ проводят так же, как указано в п.6.2.2 (1-й вариант).

При массовой доле меди в поваренной соли менее 0,1 мг/кг (2-й вариант) навеску поваренной соли массой 12,00 г растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, приливают 1 см³ серной кислоты, 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 дистиллированной водой фильтр в делительную воронку вместимостью 500 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой примерно до 400 см³.

Приливают 12 см³ раствора хлористого аммония, 10 см³ раствора гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH})=3$ моль/дм³, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия и тщательно перемешивают. Приливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³. Водный слой промывают 2 см³ четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют медь 1,5 см³ соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

При анализе чренной и вакуум-выварочной соли навеску продукта массой

12,00 г помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, растворяют примерно в 400 см³ воды, приливают 12 см³ раствора хлористого аммония и далее анализ проводят так же, как указано в п.6.2.2 (2-й вариант).

Допускается использование физических методов разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработка ультразвуком), обеспечивающих полноту разрушения примерно 98%; в этом случае анализ ведется так же, как при определении массовой доли меди в вакуум-выварочной и чренной соли по соответствующему варианту.

6.3. Проведение испытания

Атомно-абсорбционный спектрофотометр настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации на резонансную линию 324,7 нм.

Фотометрируя воду, устанавливают нуль абсорбции (для 1-го варианта - фотометрируют бутиловый эфир уксусной кислоты). Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации меди, затем контрольные и испытуемые растворы.

Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промыть небольшим объемом воды (для 1-го варианта - этиловым спиртом).

Допускается использовать вместо бутилового эфира уксусной кислоты метилизобутилкетон.

6.4. Обработка результатов

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую долю меди в микрограммах (мкг), а по оси ординат - соответствующие значения абсорбции с учетом результатов контрольного опыта.

Массовую долю меди в испытуемом растворе поваренной соли в микрограммах (мкг) находят по градуировочному графику.

Массовую долю меди (X_5) в млн⁻¹ (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1}{m_2},$$

где m_1 - массовая доля меди в исследуемой пробе, определенная по градуировочному графику, мкг;

m - навеска соли в пересчете на сухое вещество, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают

среднеарифметическое значение (\bar{X}_5) результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при доверительной вероятности $P = 0,95$ 20% по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат испытания округляют до второго десятичного знака. Минимальная концентрация меди, определяемая данным методом, составляет по 1-му варианту 0,95 мкг в исследуемом объеме пробы массой 9,5 г [0,1 млн⁻¹ (мг/кг)] и по 2-му варианту - 4,8 мкг в исследуемом объеме пробы массой 12 г [0,04 млн⁻¹ (мг/кг)].

Допускаемые расхождения между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должны превышать 40% 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