

ГОСТ 26928-86

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод определения железа

Food-stuffs. Method for determination of iron

ОКСТУ 9109

Дата введения 1988-07-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.86 N 1763

2. ВЗАМЕН ГОСТ 13195-75* в части разд.2

* Вероятно ошибка оригинала. Следует читать [ГОСТ 13195-73](#). -
Примечание "КОДЕКС".

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 199-78	2
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3117-78	2
ГОСТ 3118-77	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4208-72	2
ГОСТ 4212-76	3.1
ГОСТ 5456-79	2
ГОСТ 5962-67	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 7298-79	2
ГОСТ 18300-87	2
ГОСТ 24104-88	2

ГОСТ 25336-82	2
ГОСТ 26929-94	1.2, 3.4.1, 3.4.3, 4.1

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

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и устанавливает колориметрический метод определения железа.

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином красного цвета.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб к испытаниям - по нормативно-технической документации на соответствующий вид продукции.

1.2. Минерализация - по [ГОСТ 26929](#).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Колориметр фотоэлектрический по нормативно-технической документации со светофильтром с $\lambda_{\text{max}} = (490+10)$ нм или спектрофотометр.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности и с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности по [ГОСТ 24104*](#).

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

Колбы 1-50-2 или 2-50-2; 1-100-2 или 2-100-2; 1-500-2 или 2-500-2; 1-1000-2 или 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 и 20 см³.

Цилиндры 1-50 и 1-500 по [ГОСТ 1770](#).

Воронки типа В по [ГОСТ 25336](#).

Баня водяная.

Фильтры обеззоленные.

Бумага универсальная индикаторная.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), растворы 180 г/дм³ и $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#) и раствор (1+1) по объему.

Гидроксиламина гидрохлорид по [ГОСТ 5456](#) или гидроксиламин серноокислый по [ГОСТ 7298](#), раствор 100 г/дм³ и солянокислый раствор. Солянокислый раствор применяют только для винодельческой продукции и пива.

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

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

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

Ортофенантролин.

Натрий уксуснокислый 3-водный по [ГОСТ 199](#), раствор 200 г/дм³ или аммоний уксуснокислый по [ГОСТ 3117](#), раствор 180 г/дм³.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по [ГОСТ 4208](#).

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Кислота аскорбиновая.

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

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление основного раствора железа массовой концентрации 1 г/дм³

Раствор готовят по [ГОСТ 4212](#).

3.2. Приготовление солянокислого раствора гидроксиламина гидрохлорида

10 г гидроксиламина гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 300-400 см³ воды, добавляют 170 см³ соляной кислоты и объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

3.3. Приготовление раствора ортофенантролина

0,25 г ортофенантролина, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, переносят с 20-30 см³ воды в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ этилового спирта и после растворения ортофенантролина объем доводят водой до метки.

3.4. Подготовка пробы

3.4.1. Минерализацию пробы проводят по [ГОСТ 26929](#).

3.4.2. Белые вина, белые виноматериалы и пиво минерализации не подвергают.

3.4.3. Пиво, игристые и шипучие вина перед испытанием освобождают от углекислого газа по [ГОСТ 26929](#), разд. 1.

3.4.4. Раствор минерализата, полученного кислотной минерализацией, используют для испытания без дополнительной обработки.

3.4.5. Зола, полученную сухой минерализацией, растворяют в 5 см³ раствора соляной кислоты при нагревании на водяной бане, переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 50 см³ и объем доводят водой до метки.

3.4.6. При испытании кондитерских продуктов к золе до растворения добавляют 1-2 см³ раствора соляной кислоты и упаривают досуха на водяной бане.

3.4.7. При испытаниях красных вин, красных виноматериалов, коньяков и коньячных спиртов золу обрабатывают по п.4.3.

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

3.5.1. 10 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и объем доводят до метки раствором серной кислоты 0,01 моль/дм³.

3.5.2. При испытании продуктов, за исключением винодельческой продукции и пива, 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см³ раствора, приготовленного по п.3.5.1 (что соответствует 10, 20, 30, 40, 50, 60 и 80 мкг железа), вносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, в каждую колбу добавляют 1 см³ раствора гидроксилamina, доводят рН до 4-6 по индикаторной бумаге с помощью раствора уксуснокислого натрия или аммония. Вносят 1 см³ раствора ортофенантролина и объем доводят водой до метки. Перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм при светофильтре с $\lambda_{\max} = (490 \pm 10)$ нм или на спектрофотометре при длине волны 510 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм.

Контрольный раствор готовят точно так же, как растворы сравнения, но без добавления раствора железа.

При испытании рыбной продукции вместо раствора гидроксилamina допускается внесение (100±10) мг аскорбиновой кислоты.

3.5.3. При испытании винодельческой продукции и пива в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ раствора, приготовленного по п.3.5.1 (что соответствует 10, 20, 40, 60, 80, 100 и 120 мкг железа), 10 см³ солянокислого раствора гидрохлорида гидроксилamina и 1 см³ раствора ортофенантролина, оставляют на 15 мин, затем вносят 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, объем доводят водой до метки и измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят так же, как растворы сравнения, но без добавления раствора железа.

Светофильтр и кювета - по п.3.5.2.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. При испытании продуктов, за исключением винодельческой продукции и пива, в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят раствор минерализата в таком объеме, чтобы масса железа в колбе составила 20-80 мкг. Добавляют в колбу все те растворы, в той же последовательности, как указано в п.3.5.2, и измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят аналогично контрольной пробе, приготовленной по [ГОСТ 26929](#), со всеми реактивами, указанными выше в п.3.5.2.

4.2. При испытании белых вин и виноматериалов и пива в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят в зависимости от массовой концентрации железа 2,5 - 20 см³ предварительно отфильтрованного напитка, а затем все растворы в той же последовательности, как указано в п.3.5.3.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору.

Для приготовления контрольного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят такой же объем напитка, 10 см³ солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина, через 15 мин 10 см³ раствора уксуснокислого аммония и содержимое доводят водой до метки.

4.3. При испытании красных вин, красных виноматериалов, коньяков и коньячных спиртов к золе добавляют 10 см³ солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина и выдерживают 3-5 мин на кипящей водяной бане. Полученный раствор переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ раствора ортофенантролина. Одновременно готовят контрольный раствор, для чего в другую мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 10 см³ солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина и 1 см³ раствора ортофенантролина. Через 15 мин в обе колбы вносят 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, содержимое доводят водой до метки и измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю железа в продуктах (X) в млн⁻¹ (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{V_1 \cdot m}$$

Массовую концентрацию железа в продуктах (X_1), за исключением винодельческой продукции и пива, в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V}{V_1 \cdot V_2}$$

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

V - общий объем раствора минерализата, см³;

V_1 - объем раствора минерализата, взятый для определения, см³;

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

V_2 - объем продукта, взятый для минерализации, см

3.

5.2. Массовую концентрацию железа в винодельческой продукции и пиве (X_2) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_2}{V_3}$$

где m_2 - масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_3 - объем напитка, взятый для определения, см³.

5.3. Вычисление проводят до первого десятичного знака.

Окончательный результат округляют до целого числа, для коньяков и коньячных спиртов - до первого знака после запятой.

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

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

5.6. Минимальная масса железа, определяемая данным методом, составляет 10 мкг в колориметрируемом объеме.

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

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

Текст документа сверен по:

официальное издание

Сырье и продукты пищевые. Методы определения

токсичных элементов: Сб. ГОСТов. -

М.: ИПК Издательство стандартов, 2002