

ГОСТ 26932-86

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения свинца

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

ОКСТУ 9109, 9209

Дата введения	1986-12-01
для продуктов детского питания и сырья для их производства	1986-12-01;
для консервов, 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 N 1774 от 25.06.86

3. ВЗАМЕН [ГОСТ 5370-58](#) в части метода определения свинца

#### 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
<a href="#">ГОСТ 450-77</a>	6.1
<a href="#">ГОСТ 949-73</a>	2
<a href="#">ГОСТ 1770-74</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 2156-76</a>	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 4209-77</a>	2
<a href="#">ГОСТ 4236-77</a>	2, 6.1
<a href="#">ГОСТ 4328-77</a>	2, 6.1

<a href="#">ГОСТ 4461-77</a>	2
<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 6709-72</a>	2, 6.1
<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 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 свинца.

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

При анализе поваренной соли используют метод, основанный на растворении поваренной соли в воде, разрушении органических соединений и определении свинца 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, Кн-2-250-34 и Кн-2-200-34 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](#).

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

Эксикатор по [ГОСТ 25336](#).

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

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

Банки фторопластовые или полиэтиленовые вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

Холодильник обратный ХШ-500-29/32 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 гидроксид 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 особой чистоты 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, х.ч., плотностью 1,72 г/см<sup>3</sup>, разбавленная бидистиллированной водой (1:3).

Кислота соляная особой чистоты 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 гидроксид по [ГОСТ 4328](#), ч.д.а., гранулированная, растворы концентрации  $c(\text{NaOH})=0,02$  моль/дм<sup>3</sup> и массовой концентрации 100 и 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 особой чистоты 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.

Свинец азотнокислый по [ГОСТ 4236](#), х.ч.

Универсальная индикаторная бумага.

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

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

Магний хлористый шестиводный по [ГОСТ 4209](#), х.ч.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

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

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

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  $0,01 \text{ г/дм}^3$ . Далее 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 дне 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 концентрации от 130 до  $150 \text{ г/дм}^3$ . Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

### 3.4а. Очистка растворов для анализа поваренной соли

*Приготовление раствора хлористого аммония.* Растворяют 250 г хлористого аммония в бидистиллированной воде, разбавляют объем до 1 дм<sup>3</sup> бидистиллированной водой и доводят аммиаком рН до 8-9 (по универсальной индикаторной бумаге). Экстрагируют тяжелые металлы раствором дитизона в хлороформе порциями по 10 см<sup>3</sup> в течение 2 мин до прекращения изменений зеленой окраски. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>, затем 0,2 г/дм<sup>3</sup>. Экстракты отбрасывают, полученный раствор нейтрализуют (по индикаторной бумаге) соляной кислотой концентрации  $c(\text{HCl})=0,2$  моль/дм<sup>3</sup> до рН 5-6 и фильтруют через фильтр "белая лента", предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой.

*Приготовление раствора лимоннокислого натрия.* 500 г препарата квалификации х.ч. растворяют бидистиллированной водой, разбавляют объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> бидистиллированной водой и очищают раствором дитизона, аналогично раствору хлористого аммония.

*Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>.* 250 г препарата квалификации х.ч. растворяют при непрерывном охлаждении в 250 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, переносят в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> и встряхивают в течение 10 мин с примерно 0,005 моль свежесожденной гидроокиси магния [вводят в виде суспензии концентрации  $c(\text{Mg}(\text{OH})_2)=0,005$  моль/см<sup>3</sup>]. Дают осадку осесть и сливают суспензию гидроокиси натрия. Операцию повторяют дважды. Раствор хранят во фторопластовой или полиэтиленовой посуде в холодильнике не более 7 сут.

Раствор гидроокиси натрия концентрации 100 г/дм<sup>3</sup> получают соответствующим разбавлением раствора гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>.

*Приготовление суспензии гидроокиси магния.* Готовят (непосредственно перед использованием) растворением 102,5 г хлористого шестиводного магния в 200 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды в конической колбе вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, нагревают до 80-90 °С, вводят 100 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм<sup>3</sup> и немедленно разбавляют полученную суспензию горячей бидистиллированной водой (70-80 °С) до объема примерно 2 дм<sup>3</sup>. Дают осадку осесть, сифонируют прозрачную жидкость, приливают бидистиллированную воду до объема 2 дм<sup>3</sup>, взбалтывают суспензию в течение 3 мин, дают осадку осесть и сифонируют прозрачную жидкость. Операцию повторяют дважды. Полученную суспензию разбавляют

бидистиллированной водой до объема примерно 100 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup> приготовленной суспензии содержит 0,005 моль гидроксида магния.

(Введен дополнит

ельно, Изм. N 1).

### 3.5. Приготовление фоновых электролитов

3.5.1 Фоновый электролит А - смешанный раствор ортофосфорной кислоты концентрации  $c(\frac{1}{3} \text{H}_3\text{PO}_4)=1,3$  моль/дм<sup>3</sup> и хлорной кислоты концентрации  $c(\text{HClO}_4)=0,7$  моль/дм<sup>3</sup>: смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоту 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 и плодоовощных 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.

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> 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>. Для его приготовления 16,4 см<sup>3</sup> соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе поваренной соли.

Фоновый электролит Е - раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>. Используют при анализе тех видов поваренной соли, для которых не требуется предварительного экстракционного выделения свинца.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

### 3.6. Приготовление основного раствора свинца

Свинец азотнокислый перекристаллизовывают и высушивают при (104±1) °С до постоянной массы. 1,599 г высушенной соли растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. В колбу добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,40 г/см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 1 года. Концентрация свинца 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 свинца. При измерении концентрации свинца в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление проводят бидистиллированной водой, в остальных случаях - соответствующим фоновым электролитом.

### 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 свинца, 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, полученную 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 на водяной бане 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 свинца используют в тех случаях, когда при полярографировании испытуемых растворов, приготовленных по пп.3.8.1-3.8.3, не удастся получить четкий пик свинца 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, доводят объем до величины около 150 см<sup>3</sup>.

Свинец 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 концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>, затем - 0,2 г/дм<sup>3</sup>.

Дитизоновые 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 дитизоновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизоновыми 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. Дитизоновый 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, полученную 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.

Свинец экстрагируют дитизоном и обрабатывают пробу по п.3.8.4.1.

3.8.4.3. При анализе садовой, самосадовой и каменной поваренной соли в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 25,00 г поваренной соли, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, приливают 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, вносят примерно 1 г надсернокислого аммония, присоединяют обратный холодильник и кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный раствор фильтруют через фильтр "синяя лента", предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой, в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до 400 см<sup>3</sup>. Приливают 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 15 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации 100 г/дм<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия. Свинец несколько раз экстрагируют раствором дитизона, добавляя порциями по 5 см<sup>3</sup> до прекращения изменения его цвета и встряхивая в делительной воронке по 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>, затем 0,2 г/дм<sup>3</sup>. Дитизиновые экстракты собирают в делительной воронке вместимостью 250 см<sup>3</sup> и промывают двумя порциями по 50 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Водный слой промывают 5 см<sup>3</sup> хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизиновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизиновыми 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 Е, смывают фильтр и делительную воронку тем же электролитом и доводят объ

ем до 10 см<sup>3</sup>.

3.8.4.4. При анализе вакуум-выварочной поваренной соли в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 25,00 г поваренной соли, растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды и фильтруют полученный раствор через фильтр "синяя лента", предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой, в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, и далее анализ проводят, как описано в п.3.8.4.3.

3.8.5. При анализе поваренной соли с содержанием свинца более 2 мг/кг (ярко-красное окрашивание дитизонового слоя при экстрагировании свинца по пп.3.8.4.3 и 3.8.4.4) 5,00 г соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> 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 "синяя лента" в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смывают колбу и фильтр дистиллированной водой и объем доводят до метки.

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

3.8.4.3, 3.8.4.4, 3.8.5. (Введены 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 0,4 до минус 0,8 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 свинца 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 свинца.

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор в таком количестве, чтобы высота пика свинца 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 свинца.

#### 4.1.2. *Полярографирование с предварительным внесением свинца в испытуемый раствор*

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

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 свинца (0,2-0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на полярограмме четкого пика свинца. Далее поступают по п.4.1.1.

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

4.2. При анализе поваренной соли без предварительного экстракционного отделения свинца измерение проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

В электролизер помещают 25 см<sup>3</sup> испытуемого раствора соли и пропускают инертный газ в течение 10 мин. Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,4 до минус 0,8 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

Затем в электролизер вносят добавку - стандартный раствор свинца в таком количестве, чтобы высота пика свинца на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 0,5 см<sup>3</sup>), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и определяемого элемента. Пропускают инертный газ и проводят полярографирование в тех же условиях.

Аналогично полярографируют контрольный раствор.  
(Введен дополнительно, Изм. N 1).

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свинца ( $X$ ) 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 точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

при прямом полярографировании:

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

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

при полярографировании с предварительным внесением свинца в полярографируемый раствор:

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

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

где  $m_1$  - масса свинца, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

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

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

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

$H_1$  - высота пика свинца, полученного при первом полярографировании, мм;

$H_2$  - высота пика свинца, полученного при втором полярографировании, мм;

$V_0$  - 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>.

Вычисление производят до третьего десятичного знака.

5.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов ( $\bar{X}$ ) 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 свинца любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют  $\pm 0,05 \cdot \bar{X}$ .

5.4. Минимальная концентрация свинца, определяемая указанным методом, составляет 0,06 мкг в см<sup>3</sup> полярографируемого раствора,

5.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли свинца 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 СВИНЦА В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ**

Метод основан на предварительном концентрировании свинца 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](#), х.ч., раствор с массовой долей 25%.

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

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

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Кальций хлористый по [ГОСТ 450](#), раствор концентрации  $c(\text{CaCl}_2)=1$  моль/дм<sup>3</sup>.

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).

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

Натрия гидроксид по [ГОСТ 4328](#), х.ч., раствор концентрации  $c(\text{NaOH})=1$  и 3 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Натрий двууглекислый по [ГОСТ 2156](#), раствор концентрации  $c(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3)=1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

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

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

Свинец азотнокислый по [ГОСТ 4236](#), х.ч.

Углерод четыреххлористый по [ГОСТ 20288](#).

Универсальная индикаторная бумага.

Стандартные растворы свинца.

Раствор 1, содержащий 1 г свинца в 1 дм<sup>3</sup> раствора; готовят следующим образом: растворяют 1,5385 г азотнокислого свинца примерно в 200 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, прибавляют 1,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и разбавляют бидистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Раствор 2, содержащий 10 мкг свинца 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> и доведения объема раствора бидистиллированной водой до метки.

Раствор 3, содержащий 1 мкг свинца 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 до метки бидист

иллированной водой.

## 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

**1-й вариант.** При массовой доле свинца в поваренной соли более 0,2 мг/кг в делительные воронки вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают по 12,00 г хлористого натрия, растворяют примерно в 400 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 12 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, 6 см<sup>3</sup> гидроксида 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, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют свинец 1,5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислотой (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов свинца, см <sup>3</sup>	
	Раствор 2	Раствор 3
1		2,5
2	-	5,0
3	1,5	-
4	2,5	-
5	3,5	-

**2-й вариант.** При массовой доле в поваренной соли свинца менее 0,2 мг/кг в стаканы помещают по 150 г хлористого натрия, растворяют примерно в 1 дм<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, по 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого кальция. Нагревают до 60-80 °С, прекращают нагрев и добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора двууглекислого натрия (двумя порциями по 5 см<sup>3</sup>). Осадку дают осесть, сливают прозрачный раствор сифоном, оставшуюся часть раствора отделяют от осадка центрифугированием. Осадок растворяют в соляной кислоте (1:1), 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 4 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого натрия, 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия. Содержимое встряхивают до полного растворения выпавшего осадка, приливают 1 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 взвешивания.

ания.

### *6.2.3. Приготовление контрольных растворов*

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



#### 6.2.4. Приготовление испытуемых растворов

При массовой доле в поваренной соли свинца более 0,2 мг/кг навеску поваренной соли массой 12,00 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 дистиллированной 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 гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=3$  моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают, приливают 5 см<sup>3</sup> 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, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют свинец 1,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин; реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

При анализе вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 12,00 г помещают в делительную воронку, растворяют примерно в 400 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают 12 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония и далее проводят испытания, как указано в п.6.2.2 (1-й вариант).

При массовой доле свинца в поваренной соли менее 0,2 мг/кг (2-й вариант) навеску поваренной соли массой 150,00 г растворяют в примерно 600 дм<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, вносят около 2 г надсернистого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин. Разбавляют бидистиллированной водой до объема примерно 1 дм<sup>3</sup>, приливают раствор гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=3$  моль/дм<sup>3</sup> до pH 7-8 (контроль по универсальной индикаторной бумаге) и 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого кальция (при массовой доле кальция в поваренной соли более 0,13% введение хлористого кальция излишне). Нагревают до 60-80 °С, прекращают нагрев и добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора двууглекислого натрия (двумя порциями по 5 см<sup>3</sup>). Перемешивают раствор в течение 10 мин. Осадку дают осесть, сливают прозрачный раствор сифоном, оставшуюся часть раствора отделяют от осадка центрифугированием.

Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50

см<sup>3</sup>, разбавляют бидистиллированной водой до объема примерно 30 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 4 см<sup>3</sup> лимоннокислого натрия, 3 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=1$  моль/дм<sup>3</sup>, тщательно перемешивают.

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 (нижний) отбрасывают, а органический сливают в сухой стаканчик для взвешивания.

При анализе вакуум-выварочной соли навеску массой 150,00 г помещают в стакан вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, растворяют примерно в 1 дм<sup>3</sup> бидистиллированной воды, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого кальция (при массовой доле кальция в поваренной соли более 0,13% прибавление хлористого кальция излишне). Нагревают до 60-80 °С, прекращают нагрев и добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора двууглекислого натрия (двумя порциями по 5 см<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, обработка ультразвуком), обеспечивающих полноту разрушения около 98%. В этом случае анализ ведется так же, как при определении свинца в вакуум-выварочной и чрешней соли.

Допускается использовать вместо бутилового эфира уксусной кислоты метилизобутилкетон.

### 6.3. Проведение испытания

Включают атомно-абсорбционный спектрофотометр, прогревают и настраивают его на резонансную линию 283,3 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Фотометрируя воду, устанавливают нуль абсорбции (для 2-го варианта - фотометрируют бутиловый эфир уксусной кислоты). Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации свинца, затем - контрольные и испытуемые растворы.

Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промывать небольшим количеством воды (для 2-го варианта - этиловым спиртом).

#### 6.4. Обработка результатов

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

Содержание свинца в испытуемом растворе поваренной соли в микрограммах (мкг) находят по градуировочному графику.

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

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

где  $m_1$  - масса свинца в исследуемой пробе, определенная 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 свинца, определяемая данным методом, по первому варианту составляет 2,5 мкг в исследуемом объеме пробы массой 12,0 г [0,21 млн<sup>-1</sup> (мг/кг)] и по второму варианту - 3,0 мкг в исследуемом объеме пробы массой 150,0 г [0,02 млн<sup>-1</sup> (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