

ГОСТ 26934-86

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод определения цинка

Raw material and food-stuffs.
Method for determination of zinc

ОКСТУ 9109, 9209

Дата введения	1986-12-01
для продуктов детского питания и сырья для их производства	1986-12-01;
для консервов 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 1776

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

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Наименование НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 195-77	2
ГОСТ 589-85	6.1
ГОСТ 949-73	2
ГОСТ 1770-74	2, 6.1
ГОСТ 2405-88	2
ГОСТ 3118-77	2, 6.1
ГОСТ 3760-79	2, 3.4
ГОСТ 3773-72	2, 6.1
ГОСТ 4204-77	2, 6.1
ГОСТ 4328-77	2, 6.1
ГОСТ 4461-77	2
ГОСТ 4658-73	2
ГОСТ 6709-72	2, 6.1

ГОСТ 8864-71	6.1
ГОСТ 9147-80	2
ГОСТ 9293-74	2
ГОСТ 10262-73	2
ГОСТ 13861-89	2
ГОСТ 14261-77	2
ГОСТ 14919-83	2, 6.1
ГОСТ 17435-72	2
ГОСТ 18481-81	2
ГОСТ 20478-75	2, 6.1
ГОСТ 22300-76	6.1
ГОСТ 24104-88	2, 6.1
ГОСТ 24147-80	2
ГОСТ 24363-80	2
ГОСТ 25336-80	2, 6.1

ГОСТ 26929-94	3.1
ТУ 6-09-01-768-89	2
ТУ 6-09-14-32-76	6.1

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 декабре 1990 г. (ИУС 3-91)

Настоящий стандарт распространяется на пищевые сырье и продукты и устанавливает метод определения цинка.

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

При анализе поваренной соли используют метод, основанный на растворении поваренной соли в воде, разрушении органических соединений и определении цинка 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; 2-500-2 и 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Колбы конические Кн-2-10-18; Кн-2-25-18, Кн-2-250-34 и КН-2-2000-34 по [ГОСТ 25336](#).

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

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

Цилиндры 1-25 или 3-25; 1-50 или 3-50; 1-100 или 3-100; 1-250 или 3-250 по [ГОСТ 1770](#).

Эксикатор по [ГОСТ 25336](#).

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

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

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

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

Универсальная индикаторная бумага.

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

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

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

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

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

Хлороформ.

Дитизон, ч.д.а., растворы концентрации в хлороформе 0,01 и 0,30 г/дм³.

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

Натрия гидроокись по [ГОСТ 4328](#), ч.д.а., гранулированная.

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 особой чистоты по [ГОСТ 24147](#) или аммиак водный по [ГОСТ 3760](#), ч.д.а., очищенный методом изотермической перегонки.

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

Аммоний лимоннокислый двузамещенный, ч.д.а., или аммоний лимоннокислый по ТУ 6-09-01-768, ч.д.а., раствор концентрации 200 г/ дм³.

Кислота азотная по [ГОСТ 4461](#), х.ч., плотностью 1,40 г/см³.

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

Кальций хлористый 2-водный, ч., прокаленный.

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

Ртуть по [ГОСТ 4658](#), Р0 или Р1.

Цинк гранулированный, ч.д.а.

Цинка окись, ос.ч., или по [ГОСТ 10262](#), х.ч.

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 продукта путем озонения - 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 г/см³, несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона концентрации 0,01 г/дм³. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона концентрации 0,30 г/дм³ и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона концентрации 0,01 г/дм³.

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 дно эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 см³ водного аммиака по [ГОСТ 3760](#), а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см³ бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака концентрации от 130 до 150 г/дм³. Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

3.5. Приготовление фоновых электролитов

3.5.1. Фоновый электролит А - раствор концентрации хлористого аммония $c(\text{NH}_4\text{Cl})=1$ моль/дм³ и аммиака $c(\text{NH}_3)=1$ моль/дм³: 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и 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 (от 63 до 75 см³ водного аммиака, ос.ч., или от 120 до 130 см³ очищенного изотермической перегонкой аммиака, ч.д.а.). Объем в колбе доводят до метки бидистиллированной водой.

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

ва.

3.5.2. 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 бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе виноматериалов, хлеба и хлебобулочных изделий.

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

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

3.5.2, 3.5.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5.4. Фоновый электролит Д - раствор хлористого натрия концентрации 50 г/см³, содержащий серную кислоту и надсерноокислый аммоний; готовят следующим образом: 50,00 г хлористого натрия количественно переносят в коническую колбу вместимостью 2 дм³, растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора серной кислоты и вносят около 10 г надсерноокислого аммония. Кипятят раствор 30 мин, охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

3.5.5. Фоновый электролит Е - раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм³; готовят следующим образом: 50,00 г хлористого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки.

Используют при анализе вакуум-выварочной и чрени соли.

3.5.4, 3.5.5. (Введены дополнительно, Изм. N 1).

3.6. Приготовление основного раствора цинка

3.6.1. 1,000 г гранулированного цинка растворяют в 7 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

3.6.2. 1,242 г окиси цинка, высушенной при (104 ± 1) °С до постоянной массы, растворяют в $3,65 \text{ см}^3$ соляной кислоты плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

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

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят в день испытания последовательным разбавлением основного раствора цинка в 10, 100 и 1000 раз. При измерении концентрации цинка 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 цинка, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

3.8. Приготовление испытуемого раствора

3.8.1. При использовании фонового электролита А

3.8.1.1. При анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, золу, приготовленную по п.3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 10 см^3 разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , смывая тигель несколько раз бидистиллированной водой. К раствору в колбе добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 0,85 г аммиака. Необходимый объем этого раствора рассчитывают по его плотности, измеренной ареометром. Объем раствора в колбе доводят до метки бидистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 мкг/см^3 . В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом.

3.8.1.2. При анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п.3.1. 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 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 увеличивать до 5 см³. Объем раствора в колбе доводят до метки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.3.8.1.1.

(Измененная редакция, Изм. N

1).

3.8.2. При использовании фонового электролита Б золу, приготовленную по п.3.1, 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 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 цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 20 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.3.8.1.1.

3.8.3. При использовании фонового электролита В золу, приготовленную по п.3.1, растворяют в тигле 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 цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 20 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п.3.8.1.1.

3.8.4. 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 цинка в растворе должна быть 0,2-2,0 мкг/см³. При более высокой концентрации раствор дополнительно разводят фоновым электролитом Д.

Допускается использовать физические методы разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработку ультразвуком), обеспечивающие полноту разрушения примерно 98%; в этом случае разбавление производят фоновым электролитом Е.

При анализе вакуум-выварочной соли органические соединения не разрушают, а раствор разводят фоновым электролитом Е.

(Введен 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 см³.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 1,0 до минус 1,4 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

При анализе поваренной соли используют электролизер вместимостью 25 см³.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

4.1.1. Полярографирование при использовании фонового электролита А

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 8 см³ контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по п.3.8.1, и 1 см³ раствора сульфата натрия. В первую колбу добавляют 1 см³ бидистиллированной воды. Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку - стандартный раствор цинка в таком количестве, чтобы высота пика цинка на полярограмме примерно 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 бидистиллированную воду в объеме, необходимом для доведения его до 10 см³. Далее поступают так же, как с раствором без добавки.

4.1.2. Полярографирование при использовании фоновых электролитов Б и В

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по п.3.8.2 или 3.8.3. В первую колбу вносят 1 см³ соответствующего фонового электролита и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно вносят в электролизер, предварительно промытый как в п.4.1.1, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку так же, как в п.4.1.1, и далее поступают как с раствором без добавки.

Примечание. При работе по пп.3.7, 3.8 и 4,1 необходимые объемы жидкостей отбирают только пипетками.

4.1.3. 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 цинка.

Далее в электролизер вносят добавку - стандартный раствор цинка в таком объеме, чтобы высота пика цинка 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 цинка.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю цинка (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 цинка, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

H_1 - высота пика цинка, полученного при первом полярографировании, мм;

H_2 - высота пика цинка, полученного при втором полярографировании, мм;

m_K - масса цинка в контрольном растворе, мкг;

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

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 концентрации цинка в испытуемом растворе.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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

5.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли цинка любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют $\pm 0,04 \cdot \bar{X}$.

5.4. Минимальная концентрация цинка, определяемая указанным методом, составляет 0,2 мкг в см³ полярографируемого раствора.

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

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

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Метод основан на предварительном концентрировании цинка 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.

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.

Часы любого типа.

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

Колбы мерные 2-100-2 и 2-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки стеклянные вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см³.

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

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

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

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

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

Метилизобутилкетон по ТУ 6-09-14-32.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по [ГОСТ 22300](#), х.ч.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

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

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

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

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

Натрий лимоннокислый, х.ч., раствор с массовой долей вещества 50%.

Цинк гранулированный по ГОСТ 589, ч.д.а.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

Стандартные растворы цинка.

Раствор 1, содержащий 1 мг цинка в 1 см³ раствора; готовят следующим образом: растворяют 1,000 г металлического цинка в 7-10 см³ раствора соляной кислоты и разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³.

Раствор 2, содержащий 10 мкг цинка в 1 см³ раствора; готовят следующим образом: отбирают 10 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор 3, содержащий 1 мкг цинка в 1 см³ раствора; готовят следующим образом: отбирают 10 см³ раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³

и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор 4, содержащий 0,1 мкг цинка в 1 см³ раствора; готовят следующим образом: отбирают 10 см³ раствора 3 в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а реактивы по качеству не ниже указанных в

стандарте.

6.2. Подготовка к испытанию

6.2.1. Подготовка лабораторной посуды

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, дистиллированной водой и высушивают.

6.2.2. Приготовление контрольных растворов

Контрольный раствор 1 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор пробы. Готовят, используя все реактивы, применяемые при приготовлении испытуемых растворов, в последовательности, указанной в п.6.2.3.

Контрольный раствор 2 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор сравнения. Готовят, используя все реактивы (кроме стандартных растворов цинка), применяемые при приготовлении растворов сравнения, в последовательности, указанной в п.6.2.4.

6.2.3. Приготовление испытуемых растворов

Навеску соли массой 5,00 г растворяют в 200 см³ дистиллированной воды в стакане, приливают 1 см³ раствора соляной кислоты, вносят примерно 1 г надсернистого аммония и кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный раствор переносят в делительную воронку, доводят объем раствора до 100 см³ дистиллированной водой. Приливают 2,5 см³ раствора хлористого аммония, 2,5 см³ раствора лимоннокислого натрия и 3 см³ раствора гидроксида натрия. Содержимое тщательно перемешивают после добавления каждого реактива, приливают 1 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см³ бутилового эфира уксусной кислоты и полученную смесь встряхивают в течение 5 мин. После отстаивания отделяют органический слой.

Допускается использовать физические методы разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработку ультразвуком), обеспечивающие полноту разрушения на 98%.

При анализе вакуум-выварочной соли органические вещества не разрушают.

Допускается использовать метилизобутилкетон вместо бутилового эфира уксусной кислот

ы.

6.2.4. Приготовление растворов сравнения

В пяти делительных воронках растворяют по 5,00 г хлористого натрия в дистиллированной воде и доводят объем до 90 см³. Приливают по 2,5 см³ раствора хлористого аммония, по 2,5 см³ раствора лимоннокислого натрия, по 3 см³ раствора гидроксида натрия и тщательно перемешивают. Приливают раствор 3 или 4, объем которых указан в таблице, и перемешивают. Приливают по 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, по 10 см³ бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают 5 мин.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов, см ³		Примечание
	Раствор 3	Раствор 4	
1	-	-	Контрольный раствор
2	-	10,0	
3	2	-	
4	10,0	-	
5	14,0	-	
6	18,0	-	

После отстаивания отделяют органический слой.

6.3. Проведение испытания

Атомно-абсорбционный спектрофотометр настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации на резонансную линию 213,9 нм.

Фотометрируя бутиловый эфир уксусной кислоты, устанавливают нуль абсорбции. Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации цинка, затем контрольные и испытуемые растворы.

Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промыть небольшим количеством этилового спирта.

6.4. Обработка результатов

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

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

Массовую долю цинка (X_6) в млн⁻¹ (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1}{m},$$

где m_1 - массовая доля цинка в испытуемой пробе, определенная по градуировочному графику, мкг;

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

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение (\bar{X}_6) результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20% по отношению к среднеарифметическому значению при доверительной вероятности $P = 0,95$. Окончательный результат испытания округляют до второго десятичного знака. Минимальная концентрация цинка, определяемая данным методом, составляет 0,5 мкг (0,1 млн⁻¹ или 0,1 мг/кг) в исследуемой пробе массой 5 г.

Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно 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