

ГОСТ 26930-86

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод определения мышьяка

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

ОКСТУ 9109, 9209

Дата введения 1987-01-01

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 1772

3. ВЗАМЕН [ГОСТ 5512-50](#), разд.5 (кроме пп.21-23), 6 в части методов определения мышьяка

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1027-67	2
ГОСТ 1277-75	2
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 1973-77	2
ГОСТ 3118-77	2
ГОСТ 4165-78	2
ГОСТ 4166-76	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4232-74	2
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 4461-77	2
ГОСТ 4523-77	2
ГОСТ 5556-81	2

ГОСТ 5962-67	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 8864-71	2
ГОСТ 9147-80	2
ГОСТ 18300-87	2
ГОСТ 21400-75	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 24363-80	2
ГОСТ 25336-82	2
ГОСТ 26929-94	3.1.1
ТУ 6-09-50-77-87	2
ТУ 6-09-53-60-87	2
ТУ 6-09-53-84-88	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 колориметрический метод определения мышьяка.

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения мышьяка с диэтилдитиокарбаматом серебра в хлороформе.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Методы отбора проб и подготовка их к испытанию должны быть указаны в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Прибор для отгонки и поглощения мышьяка (см. черт.2).

Колориметр фотоэлектрический с устройством для отсчитывания значений оптической плотности по нормативно-технической документации или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

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](#).

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

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

Воронка стеклянная типа В по [ГОСТ 25336](#).

Эксикатор по [ГОСТ 25336](#).

Колба коническая КНКШ-250 по [ГОСТ 25336](#).

Конус взаимозаменяемый КШ-29/32.

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой N 2.

Трубки стеклянные цилиндрические и дрот глухой.

Палочки стеклянные по [ГОСТ 21400](#).

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

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

Цилиндры 3-100, 3-1000 по [ГОСТ 1770](#).

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

Стаканы В-1-500 и В-1-2000 ТХС по [ГОСТ 25336](#).

Центрифуга лабораторная любого типа, обеспечивающая частоту вращения 5000 мин⁻¹.

Магний сернокислый по [ГОСТ 4523](#), х.ч., раствор молярной концентрации $c(\text{MgSO}_4)=1$ моль/дм³.

Фильтры беззольные, "синяя лента", диаметр 7 см.

Вата по [ГОСТ 5556](#).

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

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

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

Фенолфталеин по ТУ 6-09-53-60, ч.д.а., раствор концентрации в этиловом спирте 1 г/дм³.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#) плотностью 1,19 г/см³, раствор концентрации $c(\text{HCl})=0,3$ моль/дм³.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](#), х.ч., раствор концентрации $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 1 моль/дм³.*

* Соответствует оригиналу. - Примечание "КОДЕКС".

Кислота азотная по [ГОСТ 4461](#), х.ч., разбавленная 1:1.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Калий йодистый по [ГОСТ 4232](#), х.ч., раствор концентрации 150 г/дм³.

Олово двухлористое по ТУ 6-09-53-84, ч.д.а., раствор концентрации 200 г/дм³ в соляной кислоте плотностью 1,19 г/см³.

Цинк гранулированный, х.ч.

Кальций хлористый двухводный по ТУ 6-09-50-77, х.ч., гранулированный, прокаленный.

Натрий сернокислый безводный по [ГОСТ 4166](#), х.ч., прокаленный.

Натрия гидроксид по [ГОСТ 4328](#), х.ч., раствор концентрации $c(\text{NaOH})=2$ моль/дм³.

Калия гидроксид по [ГОСТ 24363](#), ч.д.а., гранулированный.

Ангидрид мышьяковистый по [ГОСТ 1973](#).

Натрий мышьяковистый двузамещенный, 7-водный или стандарт-титр.

Медь сернокислая пятиводная по [ГОСТ 4165](#), х.ч., дважды перекристаллизованная и высушенная в эксикаторе до постоянной массы, раствор концентрации 10 г/дм³.

Моноэтаноламин, ч., или гексаметиленetetрамин (уротропин), ч.

Хлороформ, х.ч., высушенный над безводным сернокислым натрием.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по [ГОСТ 8864](#), ч.д.а., кристаллический.

Серебро азотнокислое по [ГОСТ 1277](#), х.ч.

Свинец (II) уксуснокислый по [ГОСТ 1027](#), х.ч., раствор концентрации 150 г/дм³.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Минерализация

3.1.1. Минерализацию проводят по [ГОСТ 26929](#). При анализе поваренной соли минерализацию не проводят.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.1.2. Контрольную пробу готовят, используя применяемые для минерализации реактивы, прибавляя их в тех же количествах, объемах и последовательности, что и при минерализации пробы, но без добавления испытуемой пробы.

3.2. Приготовление испытуемых и контрольного растворов

3.2.1. Зола, полученную сухой минерализацией, осторожно растворяют в 30-50 см³ раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl})=0,3$ моль/дм³ и, избегая разбрызгивания, добавляют соляную кислоту плотностью 1,19 г/см³ из расчета 4 см³ кислоты на 1 г окиси магния, добавленной в пробу перед озолением. Если зола плохо растворяется, ее подогревают с соляной кислотой на водяной бане. Полученный раствор золы используют для последующего испытания.

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.2.2. Контрольный раствор готовят из контрольной пробы, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемых растворов.

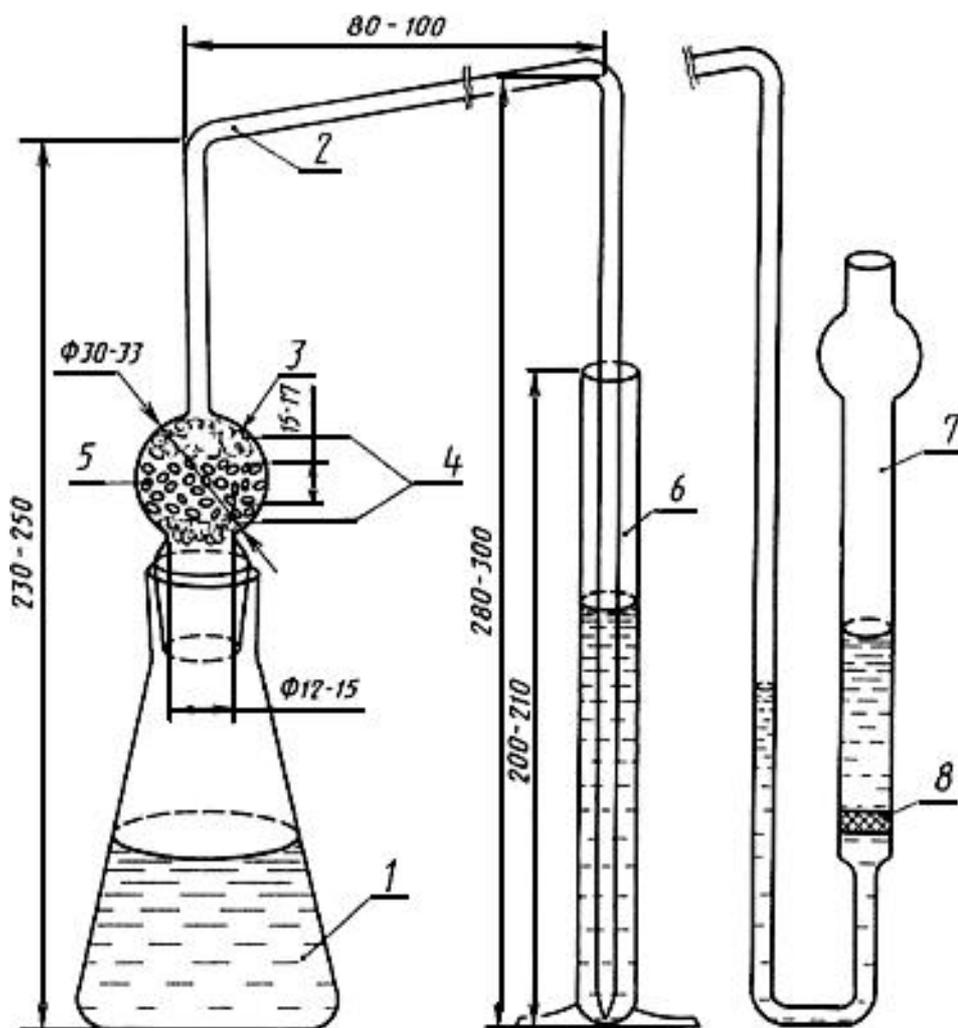
3.2.3. При анализе поваренной соли исходный раствор готовят растворением соли в дистиллированной воде.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

3.3. Подготовка прибора для отгонки и поглощения мышьяка

3.3.1. Прибор собирают в соответствии с чертежом. Прибор включает реакционную колбу вместимостью 250 см³, соединительную трубку (внешний диаметр 4 мм) с расширением, шлифом и капилляром, цилиндр (внутренний диаметр 11 мм) с поглощающим раствором или поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой для поглощения раствора. Перед употреблением прибор промывают разбавленной азотной кислотой (1:1), а затем водой.

Прибор для отгонки и поглощения мышьяка



1 - реакционная колба; 2 - соединительная трубка со шлифом и капилляром; 3 - расширение для ваты; 4 - вата, пропитанная уксуснокислым свинцом; 5 - гранулы гидроксида калия; 6 - цилиндр с поглощающим раствором; 7 - поглощательный прибор с поглощающим раствором; 8 - пористая стеклянная пластинка

3.4. Приготовление ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом

3.4.1. Вату пропитывают раствором уксуснокислого свинца и высушивают при комнатной температуре. Вату хранят в эксикаторе не более 6 мес.

3.5. Приготовление диэтилдитиокарбамата серебра

3.5.1. Диэтилдитиокарбамат серебра готовят следующим образом. Раствор, содержащий 1,7 г нитрата серебра в 100 см³ воды, медленно при перемешивании приливают к раствору, содержащему 2,3 г диэтилдитиокарбамата натрия в 100 см³ воды. Температура растворов должна быть не более 10 °С. Образовавшийся лимонно-желтый осадок диэтилдитиокарбамата серебра отфильтровывают на воронке Бюхнера и тщательно промывают водой до исчезновения реакции на серебро с несколькими каплями соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl})=0,3$ моль/дм³. Осадок разрыхляют стеклянной палочкой и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием в темноте до постоянной массы при комнатной температуре. Сухое вещество хранится в темноте не более 6 мес.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.6. Приготовление поглощающего раствора

3.6.1. Растворяют 0,2 г диэтилдитиокарбамата серебра в 100 см³ хлороформа, в который предварительно добавлен 1,0 см³ моноэтаноламина или 1,0 г уротропина.

Раствор с уротропином используют только для продуктов с массовой долей мышьяка более 0,1 мг/кг.

Для работы используют свежеприготовленный поглощающий раствор.

3.7. Приготовление основного раствора мышьяка

3.7.1. Основной раствор мышьяка готовят одним из способов:

вскрывают стандарт-титр или берут навеску 0,132 г мышьяковистого ангидрида (As_2O_3), растворяют в 15 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH})=2$ моль/дм³, затем нейтрализуют раствором серной кислоты концентрации $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1$ моль/дм³ в присутствии фенолфталеина и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой. Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в 1 см³;

вскрывают стандарт-титр или берут навеску 0,4160 г двузамещенного мышьяковистого натрия ($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в 1 см³.

Основной раствор хранят не более 1 года.

(Измененная редакция,

Изм. N 1).

3.8. Приготовление рабочего раствора мышьяка

3.8.1. Непосредственно перед определением мышьяка 10 см^3 основного раствора мышьяка помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки. Полученный раствор содержит 10 мкг мышьяка в 1 см^3 .

3.9. Приготовление растворов сравнения и построение градуировочного графика

3.9.1. В шесть цилиндров или поглотительных приборов с пористой стеклянной пластинкой наливают по 10 см^3 поглощающего раствора. В трубки с расширением (см. чертеж) помещают слой ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом, затем 5-6 гранул гидроокиси калия и закрывают отверстие слоем ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом.

3.9.2. В шесть реакционных колб вместимостью 250 см^3 каждая вносят соответственно $0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 \text{ см}^3$ рабочего раствора мышьяка, т.е. соответственно $0; 2,5; 5; 10; 15; 20 \text{ мкг}$ мышьяка.

3.9.2а. При анализе поваренной соли в шесть химических стаканов вместимостью 2000 см^3 каждый помещают по $100,00 \text{ г}$ хлористого натрия, растворяют и доводят объем раствора до 1 дм^3 . В каждый стакан вносят соответственно $0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 \text{ см}^3$ рабочего раствора мышьяка, добавляют по 3 см^3 раствора сернокислого магния, по $8-10 \text{ см}^3$ раствора гидроокиси натрия, тщательно перемешивают и выдерживают 10 мин . После осаждения сифонируют прозрачный слой жидкости, осадок отделяют центрифугированием и растворяют в 3 см^3 соляной кислоты плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$. Полученный раствор количественно переносят в реакционную колбу прибора для определения мышьяка, приливают 22 см^3 раствора соляной кислоты плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$.

(Введен дополнительно, Изм. N

1).

3.9.3. В каждую реакционную колбу приливают 25 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³, 2,5 см³ раствора йодистого калия, 1,5 см³ раствора двухлористого олова и доводят водой до 100 см³, приливают 1 см³ раствора сернокислой меди, тщательно перемешивают и выдерживают 10-15 мин. При анализе поваренной соли в реакционные колбы раствор сернокислой меди не добавляют. Затем в каждую реакционную колбу вносят 5 г гранулированного цинка, после чего быстро надевают на колбу соединительную трубку с капилляром, конец которого погружен в цилиндр с поглощающим раствором или поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой, в который налит поглощающий раствор. Отгоняют образовавшийся мышьяковистый водород в течение 60 мин. В случае помутнения поглощающего раствора его фильтруют через ватный тампон, помещенный в носик воронки.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.9.4. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к поглощающему раствору на фотоэлектроколориметре с $\lambda_{\max} = (520 \pm 10)$ нм в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм или спектрофотометре при длине волны 520 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 или 10 мм.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. В реакционную колбу прибора вносят испытуемый раствор, подготовленный по п.3.2.1. Далее испытания проводят согласно пп.3.9.3, 3.9.4.

При анализе поваренной соли 100,00 г испытуемой соли растворяют в стакане вместимостью 1000 см³ и объем доводят до 400 см³. Далее испытания проводят, как указано в п.3.9.2а.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

4.2. В реакционную колбу прибора вносят контрольный раствор, подготовленный по п.3.2.2. Далее испытания проводят согласно пп.3.9.3, 3.9.4.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю мышьяка (X) в млн^{-1} вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m}.$$

Массовую концентрацию (X_1) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{V},$$

где m_1 - масса мышьяка в испытуемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_2 - масса мышьяка в контрольном растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

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

V - объем продукта, взятый для минерализации, см^3 .

5.2. Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

5.3. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение (\bar{X}) результатов двух параллельных определений, исправленное на величину систематической составляющей погрешности измерений, которая составляет $+0,15 \bar{X}$. Допустимое расхождение результатов двух параллельных определений при $P = 0,95$ не должно превышать 25% по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

5.4. Минимальная масса мышьяка, определяемая данным методом в колориметрируемом объеме, составляет 2,5 мкг при использовании поглощающего раствора с моноэтаноламином и 5 мкг - с уротропином.

При анализе поваренной соли минимальная масса мышьяка, определенная данным методом в колориметрируемом объеме, составляет 3 мкг [$0,03 \text{ млн}^{-1}$ (мг/кг)] при использовании поглощающего раствора с уротропином и 2,5 мкг [$0,025 \text{ млн}^{-1}$ (мг/кг)] - с моноэтаноламином.

5.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли мышьяка одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет $0,19 \bar{X}$.

5.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60% по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

5.4-5.6. (Измененная редакция, Изм. N 1).

Текст документа сверен по:

официальное издание

Сырье и продукты пищевые. Методы определения

токсичных элементов: Сб. ГОСТов. -

М.: ИПК Издательство стандартов, 2002