ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Минерализация проб для определения токсичных элементов

Издание официальное

БЗ 7—2002/108

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Научно-исследовательским институтом пчеловодства

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 30 июня 2003 г. № 226-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки. 1
3 Определения 2
4 Метод отбора проб 2
5 Способ сухой минерализации 2
6 Способ кислотной экстракции пчелиного воска 4
7 Требования безопасности 5
Приложение А Библиография. 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Минерализация проб для определения токсичных элементов

Production of beekeeping.
Mineralisation of samples for determination of toxic elements

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пчеловодства и устанавливает способы сухой минерализации и кислотной экстракции проб для последующего определения в них токсичных элементов (свинца, кадмия, цинка, меди и мышьяка).

Сущность метода сухой минерализации заключается в полном разложении органических веществ путем сжигания пробы продуктов пчеловодства в электропечи при контролируемом температурном режиме и предназначен для всех продуктов, кроме пчелиного воска.

Сущность метода кислотной экстракции заключается в экстракции токсичных элементов из пробы пчелиного воска кипячением с разбавленными соляной или азотной кислотами.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 11088—75 Магний нитрат 6-водный. Технические условия

ГОСТ 12871—93 Асбест хризотиловый. Общие технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные шкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический

ГОСТ 19792—2001 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 21179—2000 Воск пчелиный. Технические условия

ГОСТ 21204—97 Горелки газовые промышленные. Общие технические требования

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 25629—83 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 27570.0—87 (МЭК 335-1—76) Безопасность бытовых и аналогичных электрических приборов. Общие требования и методы испытаний

ГОСТ 28886—90 Прополис. Технические условия

ГОСТ 28887—90 Пыльца цветочная (обножка). Технические условия

ГОСТ 28888—90 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51232—98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества

3 Определения

Термины и определения — по ГОСТ 25629.

4 Метод отбора проб

4.1 Отбор пробы натурального меда по ГОСТ 19792.

4.2 Отбор пробы цветочной пыльцы (обножки) по ГОСТ 28887.

4.3 Отбор пробы прополиса по ГОСТ 28886.

4.4 Отбор пробы маточного пчелиного молочка по ГОСТ 28888.

4.5 Отбор пробы пчелиного воска по ГОСТ 21179.

4.6 Отбор пробы перги по НД [1].

5 Способ сухой минерализации

5.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 среднего класса точности (III).

Шкаф сушильный лабораторный [2], [3], обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40 °С — 150 °С при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 5 °С.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная [4], обеспечивающая поддержание заданного температурного режима 150°С — 500 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Щипцы тигельные [5].

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая по ГОСТ 21204.

Баня водяная [6].

Чаша или тигли кварцевые вместимостью 50, 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 19908 или чашки (тигли) фарфоровые № 2—4 по ГОСТ 9147.

Пипетки по ГОСТ 29169 или ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-25, 1-100, 1-500 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-1000-29 ТХС или Кн-2-1000-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные [7].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бидистиллятор стеклянный [8].

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор (1:9) по объему.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч. раствор (1:1) по объему.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., концентрированная и раствор (1:1) по объему.

Магния оксид по ГОСТ 4526, ч.д.а.

Магний азотнокислый 6-водный по ГОСТ 11088, ч.д.а., спиртовый раствор 50 $г/дм^3$.

Часовое стекло по ГОСТ 21400.

Спирт ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Допускается использование другой аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Подготовка пробы и посуды к минерализации

5.2.1 Новую или сильно загрязненную лабораторную посуду (колбы, пипетки, чашки или тигли) после обычной мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной питьевой водой по ГОСТ 51232 и ополаскивают дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

Непосредственно перед использованием посуду дополнительно обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1:1) по объему по ГОСТ 4461, затем ополаскивают дистиллированной водой по ГОСТ 6709, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты по ГОСТ 3118 (1:1) по объему, ополаскивают 3—4 раза дистиллированной водой, затем 1—2 раза бидистиллированной водой и сушат. Бидистиллированную воду получают, пропуская водопроводную воду через бидистиллятор. Обработку горячим раствором кислоты проводят следующим образом: посуду помещают в термостойкий химический стакан вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336, заливают раствором кислоты, нагревают до кипения и отключают подогрев. Выдерживают до полного охлаждения и промывают, как указано выше.

Вместо обработки посуды одним из растворов кислот допускается выдерживать чаши или тигли в растворе уксусной кислоты по ГОСТ 61 на кипящей водяной бане [6] в течение 1 ч.

5.2.2 Продукты, содержащие углекислый газ (медовые напитки), освобождают от него.

При анализе медовых напитков пробу продукта помещают в колбу с тубусом, в которой создают вакуум при помощи водоструйного насоса по ГОСТ 25336 в течение 2—3 мин до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности жидкости.

5.2.3 В чашу (чашку, тигель) по ГОСТ 9147 берут навеску продукта из подготовленной к испытаниям пробы. Необходимый объем жидкого продукта отмеряют пипеткой по ГОСТ 29227. Масса навески (или объема пробы) указана в таблице 1. Навеску продуктов пчеловодства берут в 2-кратной повторности.

Таблица 1 — Навески продуктов пчеловодства

Наименование продуктов пчеловодства	Масса навески, г, при определении токсичных элементов								
	методом атомной абсорбции				полярографией				калориметрией
	свинец	кадмий	медь	цинк	свинец	кадмий	медь	цинк	мышьяк
Мед натуральный	10	10	1—5	1—5	10	10	10	10	30
Воск пчелиный	—	—	—	—	35	35	35	35	35
Пыльца цветочная (обножка)	0,5	0,5	0,5	0,5	10	10	10	10	30
Маточное молочко пчелиное	10	10	1,5	1,5	5—10	5—10	5—10	5—10	5—10
Прополис	—	—	—	—	10—20	10—20	10—20	10—20	30
Перга	0,5	0,5	0,5	0,5	5—10	5—10	5—10	5—10	30

5.3 Минерализация проб для определения содержания меди, свинца, кадмия, цинка методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии и полярографии

5.3.1 При содержании влаги в продукте до 20 % чашку с навеской помещают на электроплитку по ГОСТ 14919 и проводят осторожно обугливание, не допуская сильного дымления. После прекращения выделения дыма чашку помещают в электропечь по [4], отрегулированную ранее на температуру около 250 °С.

При содержании влаги в продукте от 20 % до 80 % чашу с навеской помещают на кипящую водяную баню или в сушильный шкаф по [2] (доводя его температуру до 150 °С), или на электрическую плитку и удаляют влагу. Затем осторожно обугливают содержимое чаши на электрической плитке до прекращения выделения дыма, не допуская сильного дымления, воспламенения и

выбросов. Чашу помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 250 °С, а продукт, содержащий более 20 % сахара, помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 150 °С.

При содержании влаги в продукте более 80 % навеску в чаше обрабатывают следующим образом:

- медовые напитки упаривают досуха на водяной бане и помещают в электропечь;
- в навеску маточного молочка добавляют раствор азотной кислоты из расчета 1 $см^3$ на 50 г продукта, перемешивают, помещают на электроплитку и осторожно проводят обугливание до прекращения выделения дыма, затем чашу помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 250 °С.

Для интенсификации процесса обугливания рекомендуется:

а) в чашу с навеской добавить этиловый спирт по ГОСТ 18300 из расчета 5 $см^3$ на 1 г сухого вещества, закрыть часовым стеклом по ГОСТ 21400 и выдержать 24 — 48 ч, затем проводить обугливание;

б) для проб продуктов, содержащих более 20 % сахара (мед, перга) добавить к навеске раствор серной кислоты (1:9) по ГОСТ 3118 из расчета 5 $см^3$ на 1 г сухого вещества, закрыть часовым стеклом и выдержать 48 ч, затем проводить обугливание;

в) для проб продуктов, содержащих 20 % — 60 % жира (пыльца, маточное молочко) в навеску добавить раствор азотной кислоты (1:1) из расчета 1 — 1,5 $см^3$ на каждые 10 г навески, выдержать 15 мин, затем проводить обугливание.

5.3.2 После окончания обугливания минерализацию проб проводят в электропечи, постепенно (на 50 °С через каждые 30 мин) повышая температуру до 450 °С. Продолжают минерализацию при этой температуре до получения серой золы.

5.3.3 Чашу с золой вынимают из электропечи через 10 — 15 ч озоления, охлаждают до комнатной температуры и смачивают содержимое 0,5 — 1,0 $см^3$ раствора азотной кислоты.

Кислоту выпаривают досуха на электроплитке при слабом нагреве. После охлаждения чашу с навеской снова помещают в охлажденную электропечь. Постепенно доводят температуру до 300°С и выдерживают в течение 0,5 ч (для полярографического анализа температуру доводят до 450 °С и выдерживают в течение 1 ч). Указанный цикл повторяют не менее двух раз. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белого или слегка окрашенного цвета, без обугленных частиц. При наличии обугленных частиц повторяют обработку золы раствором азотной кислоты или воды.

5.3.4 Параллельно в двух чашках проводят минерализацию добавленных к навеске реактивов для контроля их чистоты.

5.4 Минерализация проб для определения мышьяка

5.4.1 В чашу с навеской продукта, содержащего менее 80 % влаги, добавляют 10 % массы навески в пересчете на сухое вещество оксида магния и такое же количество спиртового раствора азотнокислого магния (в пересчете на безводную соль). Полученную смесь тщательно перемешивают до образования однородной кашицы.

При анализе жидких продуктов, содержащих 80 % влаги и более, вносят в чашу с навеской по 5 % массы навески в пересчете на сухое вещество оксида магния и раствора азотнокислого магния.

Допускается проводить минерализацию меда и пыльцы без добавления смеси оксида магния и азотнокислого магния.

5.4.2 Чашу с навеской помещают на водяную баню или в сушильный шкаф при температуре 80 °С — 100°С и выпаривают досуха, после чего переносят на электроплитку и обугливают при слабом нагреве до прекращения выделения дыма. Затем чашу помещают в электропечь [4], ранее отрегулированную на температуру 250 °С, повышают температуру до 450 °С (постепенно на 50 °С в час) и продолжают минерализовать при этих условиях до получения сырой золы. Далее проводят минерализацию, как указано в 5.3.3, используя вместо раствора азотной кислоты воду.

5.4.3 Параллельно в двух чашках проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для проверки их чистоты.

6 Способ кислотной экстракции пчелиного воска (неполной минерализации)

6.1 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 среднего класса точности (III).

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая по ГОСТ 21204.

Штатив химический [9].

Баня водяная [6].

Колбы Къельдаля 2-50-29, 2-100-29, 2-250-29 ТХС по ГОСТ 25336 или колбы плоскодонные П-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-5, 1-10, 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Воронки В-56-80 по ГОСТ 25336.

Пипетки по ГОСТ 29169 или по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2-1000-29 ТХС или Кн-2-1000-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-250-29/32 ТХС или П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Шарики стеклянные, используемые для обеспечения равномерности кипения, по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные с синей лентой диаметром 11 см [7].

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., концентрированная, раствор (1:2) по объему.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор (1:1) по объему.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бидистиллятор стеклянный [8].

Холодильник ХШ-1-200-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Чаша кварцевая по ГОСТ 19908.

Чаша фарфоровая по ГОСТ 9147.

Асбест по ГОСТ 12871.

Палочка стеклянная по ГОСТ 25336.

Допускается применение другой аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

6.2 Подготовка к экстракции

Стеклянную посуду, используемую для экстракции, обрабатывают по 5.2.1.

6.3 Экстракция и подготовка экстрактов к анализу

6.3.1 Экстракция проб продукта

В термостойкую колбу с навеской продукта массой, указанной в таблице 1, вносят цилиндром 40 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1) по объему по ГОСТ 3118.

Допускается вместо раствора соляной кислоты применять раствор азотной кислоты (1:2).

В колбу добавляют несколько стеклянных шариков по ГОСТ 25336, вставляют в нее холодильник по ГОСТ 25336, помещают на электроплитку по ГОСТ 14919, покрытую асбестом по ГОСТ 12871, и кипятят в течение 1,5 ч с момента закипания. Затем содержимое колбы медленно охлаждают до комнатной температуры, не вынимая из холодильника.

Колбу с экстракционной смесью пчелиного воска и кислотой помещают в холодную водяную баню [6] для затвердения воска. Затвердевший воск прокалывают стеклянной палочкой по ГОСТ 25336, водный слой фильтруют через фильтр [7], смоченный раствором соляной кислоты, используемой для экстракции, в тигель по ГОСТ 9147. Оставшийся в колбе воск расплавляют на водяной бане, добавляют 10 $см^3$ раствора используемой кислоты, встряхивают, охлаждают, после охлаждения воск прокалывают и промывную жидкость сливают в тот же сосуд через тот же фильтр, затем фильтр промывают 5 — 7 $см^3$ воды.

6.3.2 Подготовка экстрактов к определению содержания мышьяка

При использовании для экстракции раствора соляной кислоты экстракционную смесь, полученную по 6.3.1, фильтруют сразу в реакционную колбу для отгонки мышьяковистого ангидрида.

При использовании для экстракции раствора азотной кислоты экстракционную смесь, полученную по 6.3.1, фильтруют в коническую колбу, вносят 0,2 г сернокислого гидразина и кипятят содержимое колбы 1,5 — 2,0 ч. Затем раствор количественно переносят в реакционную колбу для отгонки мышьяковистого ангидрида, смывая колбу порциями воды.

6.3.3 Подготовка экстрактов для полярографического и атомно-абсорбционного анализа.

Экстракционную смесь, полученную по 6.3.1, фильтруют в кварцевую по ГОСТ 19908 или фарфоровую по ГОСТ 9147 чашу. Жидкость осторожно выпаривают, а затем обугливают на электроплитке. Затем чашу помещают в электропечь [4] и далее продолжают минерализацию по 5.3.2.

6.4 Параллельно в двух колбах проводят экстракцию и подготовку экстрактов к анализу добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты.

7 Требования безопасности

7.1 При работе в лаборатории необходимо соблюдать все правила техники безопасности и производственной санитарии. Инструкция по технике безопасности и производственной санитарии в химических лабораториях разрабатывается на основе ГОСТ 27570.0, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007.

7.2 В химических лабораториях должны быть: углекислотные огнетушители, пакеты с песком, несгораемое одеяло и аптечка. Для работы с концентрированными щелочами и кислотами следует применять резиновые перчатки, фартуки, защитные очки.

7.3 Все работы с летучими растворителями проводят в вытяжных шкафах с приточно-вытяжной вентиляцией.

7.4 На рабочем месте не должно быть никаких химических реактивов в посуде без этикеток и надписей.

7.5 Следует соблюдать все меры предосторожности при работе с ядовитыми, взрывоопасными, огнеопасными веществами.

7.6 При работе с муфельной печью следует соблюдать меры безопасности, указанные в техническом паспорте к прибору.

7.7 По окончании работы необходимо отключить воду, электроэнергию и привести в порядок рабочее место.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 10 РФ 505—92 Перга сушеная. Технические условия
[2] ТУ 16-531.639—78 Электрошкаф сушильный СНОЛ-3.5.3. 5/3-И3
[3] ТУ 64-1.1411—76 Шкаф сушильный электрический круглый
[4] ТУ 16-531.704—81 Электропечь сопротивления камерная лабораторная СНОЛ-1.6.2.5.1/11-И2
[5] ТУ 64-1.973—76 Щипцы тигельные ЩТ
[6] ТУ 64-1.2850—80 Баня водяная лабораторная с электрическим или огневым подогревом
[7] ТУ 6-09.1678—86 Фильтры обессоленные
[8] ТУ 25-11.1592—81 Бидистиллятор стеклянный Б.С
[9] ТУ 64-1.707—76 Штатив лабораторный

УДК 638.171:006.354 ОКС 07.100.30 С52 ОКП 98 8200

Ключевые слова: сухая минерализация, озоление, кислотная экстракция, полярография, атомно-абсорбционная спектрофотометрия, колориметрия

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 18.07.2003. Подписано в печать 07.08.2003. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,75.
Тираж 380 экз. С 11557. Зак. 675.

ИПК Издательство стандартов. 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru