ГОСТ 26929—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Подготовка проб

Минерализация для определения содержания токсичных элементов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

Институтом питания

Всероссийским научно-исследовательским и конструкторским институтом мясной промышленности (ВНИКИМП)

Научно-производственным объединением масложировой промышленности

Научно-производственным объединением "Нектар"

Научно-производственным объединением "Консервпромкомплекс"

Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна (ВНИИЗ)

Московским технологическим институтом пищевой промышленности (МТИПП)

Научно-производственным объединением маслодельной и сыродельной промышленности (НПО "Углич")

Научно-производственным объединением пивобезалкогольной и винодельческой промышленности

Всероссийским научно-исследовательским институтом морского и рыбного хозяйства и океанографии (ВНИРО)

Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 "Продукты переработки плодов и овощей"

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1994 г. (протокол № 6—94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Армения	Армгосстандарт
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21 февраля 1995 г. № 78 межгосударственный стандарт ГОСТ 26929—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 26929—86

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2010 г.

© Издательство стандартов, 1996
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Способ сухой минерализации 1
3.2 Аппаратура, материалы, реактивы 2
3.3 Подготовка к минерализации 2
3.4 Минерализация проб для определения содержания меди, свинца, кадмия, цинка, хрома, никеля, алюминия, а также железа методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии . . 3
3.5 Минерализация проб для колориметрического определения содержания железа 3
3.6 Минерализация проб для определения содержания мышьяка 5
4 Способ мокрой минерализации 5
4.2 Аппаратура, материалы, реактивы 5
4.3 Подготовка к минерализации 6
4.4 Минерализация проб 6
5 Способ кислотной экстракции (неполной минерализации) 7
5.2 Аппаратура, материалы, реактивы 7
5.3. Подготовка к экстракции 7
5.4. Экстракция и подготовка экстрактов к анализу 7
Приложение А Библиография 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

Raw material and food-stuffs. Preparation of samples.
Decomposition of organic matters for analysis of toxic elements

Дата введения 1996—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на пищевые сырье и продукты и устанавливает способы сухой, мокрой минерализации и способ кислотной экстракции проб для последующего определения в них меди, свинца, кадмия, цинка, олова, железа, хрома, никеля, алюминия и мышьяка.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4526—75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 5841—74 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

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

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

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

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

3 СПОСОБ СУХОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ

3.1 Способ сухой минерализации основан на полном разложении органических веществ путем сжигания пробы сырья или продуктов в электропечи при контролируемом температурном режиме и предназначен для всех видов сырья и продуктов, кроме животных, растительных жиров и масел.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008).

Издание официальное

3.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г 3-го класса точности для взятия навесок массой до 10 г.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг 4-го класса точности для взятия навесок массой 10 г и более.

Шкаф сушильный лабораторный [1], [1а], обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40—150 °С при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 5 °С.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная [2], обеспечивающая поддержание заданного температурного режима 150—500 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

Лампа инфракрасная мощностью 250 или 500 Вт, закрепленная на штативе так, чтобы можно было регулировать высоту.

Аппарат для встряхивания жидкости [3].

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос вакуумный с электродвигателем по нормативному документу по стандартизации.

Щипцы тигельные [4].

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая.

Баня водяная [5].

Колба с тубусом по ГОСТ 25336 1—500 или 2—500 (для удаления диоксида углерода из продукта).

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

Пипетки по ГОСТ 29169 или по ГОСТ 29227.

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

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

Стакан по ГОСТ 25336 В-1—1000 ТХС или В-1—2000 ТХС.

Фильтры обеззоленные [6].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная или деионизированная.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., раствор (1:19) по объему.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 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., спиртовой раствор 50 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Примечание — Допускается использование других аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

3.3 Подготовка к минерализации

3.3.1 Новую или сильно загрязненную лабораторную посуду (колбы, пипетки, чаши или тигли) после обычной мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой.

Непосредственно перед использованием посуду дополнительно обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1:1), затем ополаскивают дистиллированной водой, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты (1:1), ополаскивают 3—4 раза дистиллированной водой, затем 1—2 раза бидистиллированной или деионизированной водой и сушат. Обработку горячим раствором кислоты проводят следующим образом: посуду помещают в термостойкий химический стакан вместимостью 1000 см^3, 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 выдерживание чаш или тиглей с раствором уксусной кислоты на кипящей водяной бане в течение 1 ч.

3.3.2 Продукты, содержащие углекислый газ (пиво, шипучие и игристые вина, минеральные воды, газированные напитки и соки), освобождают от него.

При анализе пива колбу вместимостью 1000 см^3 на треть заполняют пивом (температура продукта должна быть комнатной), закрывают пробкой с отверстием, в которое вставлена трубка, и встряхивают в течение 20—30 мин.

При анализе вина, минеральной воды, газированных соков и напитков в пробе продукта, помещенного в колбе с тубусом, создают вакуум при помощи водоструйного или масляного насоса в течение 2—3 мин до исчезновения пены и появления больших пузырей на поверхности жидкости.

3.3.3 В чашу (чашку, тигель) берут навеску продукта из подготовленной к испытаниям пробы. Необходимый объем жидкого продукта отмеряют пипеткой. Значения массы навески (или объема пробы) указаны в таблице 1.

3.4 Минерализация проб для определения содержания меди, свинца, кадмия, цинка, хрома, никеля, алюминия, а также железа методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии

3.4.1 При содержании в продукте до 20 % влаги чашу с навеской помещают на электроплитку и проводят осторожно обугливание, не допуская сильного дымления. После прекращения выделения дыма чашу помещают в электропечь, 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 (доводя его температуру до 150 °С), или на электрическую плитку и удаляют влагу. Затем осторожно обугливают содержимое чаши на газовой горелке или 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 продукцию, содержащую более 20 % сахаров, помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 150 °С.

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

винодельческие продукты упаривают досуха на водяной бане и помещают в электропечь;

пиво, минеральную воду, безалкогольные напитки и плодоовощные соки и напитки на электроплитке упаривают досуха и проводят обугливание до прекращения выделения дыма, затем помещают в электропечь, отрегулированную на температуру около 150 °С;

в навеску жидких молочных продуктов (молока, кисломолочных продуктов и молочных консервов) 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.

Примечание — Для интенсификации процесса обугливания рекомендуется:

а) одновременно обогревать чашу с навеской продукта инфракрасной лампой;

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

в) для проб продуктов, содержащих более 20 % сахаров (варенье, джем и др.), а также темно-окрашенных соков и компотов добавить к навеске раствор серной кислоты (1:9) из расчета 5 см^3 на 1 г сухого вещества, закрыть часовым стеклом и выдержать 48 ч, затем проводить обугливание;

г) для проб продуктов, содержащих 20—60 % жира (сыр, масличные семена, жмых, шрот и белковые продукты), 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.

3.4.2 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. Допускается минерализация зерна и зернопродуктов при температуре 500 °С.

3.4.3 Чашу с золой вынимают из электропечи через 10—15 ч озоления, охлаждают до комнатной температуры и смачивают содержимое по каплям минимальным количеством раствора азотной кислоты.

Выпаривают кислоту досуха на водяной бане с последующей выдержкой в сушильном шкафу при температуре до 140 °С либо под инфракрасной лампой, либо на электроплитке со слабым нагревом. После охлаждения чашу с навеской снова помещают в охлажденную электропечь. Постепенно доводят температуру до 300 °С и выдерживают в течение 0,5 ч. Указанный цикл повторяют несколько 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 водой.

3.4.4 Параллельно в двух чашках проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты.

3.5 Минерализация проб для колориметрического определения содержания железа

3.5.1 Минерализацию проб пищевых продуктов, кроме сыров, плодоовощного сырья и продуктов его переработки, проводят по 3.4.

Таблица 1

Наименование сырья и продукции	Масса навески, г (или объем пробы, $см^3$), при определении токсичных элементов															
	методом атомной абсорбции							полярографией				колориметрически				
	Свинец	Кадмий	Медь	Цинк	Железо	Никель	Хром	Свинец	Кадмий	Цинк	Медь	Медь	Олово	Железо	Мышьяк	Алюминий
Фрукты, овощи	20	20	5	10	10	10	40	25	25—35	10—25	10—25	10—25	—	5—10	30	—
Продукты переработки фруктов, овощей	20	20	5	10	10	10	40	25	25—35	10—25	10—25	10—25	2—5	5—10	30	25
Мясо и мясо птицы	10	10	5	2	5	20	40	25	25	5—10	5—10	5—25	—	5—25	30	—
Печень, почки и другие внутренние органы	10	2	1	1	1	2	30	15	15	5	5	5—10	2	1—5	25	—
Консервы мясные и мясорастительные	10	10	5	2	5	20	40	25	25	5—10	5—10	5—25	2—5	5—25	30	25
Желатин	2	15	1	1	2	2	15	10	20	10	10	10	—	3	20	—
Яйцо, меланж	20	20	5	2	4	20	20	25	50	5	10	25	—	10	30	—
Яичный порошок	2	5	1	1	1	2	2	10	10	2	5	10	—	3	10	—
Растительные масла и продукты их переработки, животные жиры	25	20	20	10	25	25	20	35	35	35	40	40	—	35	40	—
Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные, водоросли и продукты их переработки	10	5	2	2	5	20	50	25	25	10	10—25	10—25	1—2	5—10	30	25
Зерно и продукты его переработки	20	15	2	2	3	5	20	10—25	10—25	2—10	2—10	5—10	—	10—20	30	—
Хлеб и хлебобулочные изделия	20	15	2	2	3	5	20	10—25	10—25	5—10	5—10	5—40	—	10—20	30	—
Кондитерские изделия	10	10	1	5	10	2	15	10—25	25	1—10	1—10	5—40	—	1—10	30	—
Молоко и молочные продукты:																
жидкие	100	50	20	20	20	50	100	50—100	100	25	10—50	50	—	50	100	—
сухие	10	5	2	2	2	5	10	10	10	5	1—10	1—10	—	5	25	—
творог, сыры	20	5	5	3	10	10	30	25	25	5—10	5—10	10—20	—	10—20	50	—
молочные консервы	20	10	10	5	5	25	50	25—50	50	10—15	5—10	10—20	1—2	5—10	50	25
сливочное масло	50	30	40	20	40	50	50	50	50	25	25	50	–	20—30	50	–
Вино и виноматериалы	50	20	10	25	25	50	100	25	25	10	10	20	—	2—20	50	—
Коньяк и коньячный спирт	50	20	10	25	25	50	100	25	25	10	10	20	—	50	50	—
Пиво	50	20	10	25	25	50	100	50	50	50	50	50	20	20	50	—
Минеральная вода	100	50	20	50	50	50	100	100	100	100	100	100	–	100	50	—
Безалкогольные напитки	50	25	10	25	25	50	100	50	50	50	50	50	—	50	50	–

Примечание — При одновременном анализе из одной навески нескольких элементов берется максимальное из перечисленных значение навески.

3.5.2 При минерализации сыров, плодоовощного сырья и продуктов его переработки пробу подвергают обработке азотной кислотой. Пробу плодоовощных продуктов перед обработкой высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С. Содержимое чаши смачивают азотной кислотой так, чтобы вся поверхность была покрыта кислотой (2—3 $см^3$), и нагревают на водяной бане до прекращения выделения паров. Обработку азотной кислотой повторяют еще два раза. Затем обработанную навеску обугливают на электроплитке и проводят минерализацию по 3.4.2—3.4.3.

3.5.3 Параллельно проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты.

3.6 Минерализация проб для определения содержания мышьяка

3.6.1. В чашу с навеской продукта, содержащего менее 80 % влаги, добавляют 10 % массы навески в расчете на сухое вещество оксида магния и такое же количество спиртового раствора азотнокислого магния (в расчете 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 расчете на сухое вещество оксида магния и раствора азотнокислого магния.

Допускается минерализацию зерна, продуктов его переработки и кондитерских продуктов проводить без добавления смеси оксида магния и азотнокислого магния.

3.6.2 Чашу с навеской помещают на водяную баню или в сушильный шкаф при температуре 80—100 °С и выпаривают досуха, после чего переносят на электроплитку и обугливают при слабом нагреве до прекращения выделения дыма. Затем чашу помещают в электропечь, 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 серой золы. Далее проводят минерализацию, как указано в 3.4.3, используя вместо раствора азотной кислоты воду.

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

4 СПОСОБ МОКРОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ

4.1 Способ основан на полном разрушении органических веществ пробы продукта при нагревании с серной и азотной концентрированными кислотами с добавлением хлорной кислоты или перекиси водорода или при нагревании только с перекисью водорода и предназначен для всех видов сырья и продуктов, кроме сливочного масла и животных жиров.

4.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г 3-го класса точности для взятия навесок массой до 10 г.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг 4-го класса точности для взятия навесок массой 10 г и более.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая.

Штатив химический [7].

Баня водяная [5].

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

Стаканы по ГОСТ 25336 В-1—50.

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

Воронки по ГОСТ 25336 В-56—80.

Пипетки по ГОСТ 29169 или по ГОСТ 29227.

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

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

Шарики стеклянные, используемые для обеспечения равномерности кипения.

Фильтры обеззоленные с синей лентой диаметром 11 см.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. и раствор (1:36) по объему.

Кислота хлорная [8], х. ч. или ч. д. а.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, х. ч.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная.

Примечание — Допускается применение других аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

4.3 Подготовка к минерализации

4.3.1 Стеклянную посуду моют, как указано в 3.3.1.

4.3.2 Навеску жидких и пюреобразных продуктов массой, указанной в таблице 1, взвешивают в стакане, переносят в колбу Кьельдаля или в плоскодонную колбу, смывая стенки стакана 10—15 см³ дистиллированной воды. Допускается брать навеску непосредственно в плоскодонную колбу.

4.3.3 Навеску твердых и пастообразных продуктов массой, указанной в таблице 1, берут на обеззоленный фильтр, заворачивают в него и стеклянной палочкой помещают на дно колбы Кьельдаля или плоскодонной колбы.

4.3.4 Из подготовленной по 3.3.2 пробы пива, минеральной воды, безалкогольного напитка отмеряют пипеткой объем, указанный в таблице 1, переносят в колбу Кьельдаля и упаривают на электроплитке до 10—15 см³.

4.3.5 Из подготовленной по 3.3.2 и отфильтрованной пробы винодельческих продуктов отмеривают пипеткой объем, указанный в таблице 1, переносят в колбу Кьельдаля.

4.3.6 Навеску сухих продуктов (желатин, сухие яичные продукты) помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 15 см³ воды, перемешивают. Желатин затем оставляют на 1 ч для набухания.

4.4 Минерализация проб

4.4.1 Кислотная минерализация проб сырья и пищевых продуктов, кроме винодельческих продуктов, растительных масел, маргарина, пищевых жиров, для определения содержания олова, меди, железа, алюминия

4.4.1.1. В колбу с пробой продукта, подготовленной к минерализации по 4.3, вносят азотную кислоту из расчета 10 см³ на каждые 5 г продукта, на каждые 1—2,5 г консервированного молока или 20 см³ пива, минеральной воды или безалкогольного напитка и выдерживают не менее 15 мин. Можно оставить на ночь. Затем в колбу вносят 2—3 стеклянных шарика для равномерного кипения, закрывают грушевидной стеклянной пробкой и начинают нагревать на электроплитке слабо, затем сильнее, упаривая содержимое колбы до объема 3—5 см³.

Колбы охлаждают, вносят 10 см³ азотной кислоты, содержимое упаривают до объема 5 см³, после чего охлаждают. Эту процедуру повторяют 2—4 раза.

В колбу вносят 10 см³ азотной кислоты, 5 см³ серной кислоты, 4 см³ хлорной кислоты (или вместо хлорной кислоты 4 см³ перекиси водорода) из расчета на каждые 5 г продукта или на 20 см³ пива, минеральной воды или безалкогольного напитка. Минерализацию молочных продуктов при определении меди и железа проводят без добавления серной кислоты. Не допускается изменять последовательность внесения кислот; хлорная кислота всегда добавляется последней. Содержимое колбы упаривают до объема около 5 см³, не допуская образования коричневой окраски жидкости. При появлении коричневой окраски нагревание прекращают.

Колбу охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 см³ азотной кислоты и 2 см³ хлорной кислоты (или вместо хлорной кислоты 2 см³ перекиси водорода) и снова нагревают до появления белых паров серного ангидрида. Если при этом раствор не обесцветился, эту процедуру повторяют. Минерализацию считают законченной, если раствор после охлаждения остается бесцветным или бледно-желтым.

4.4.1.2 Для удаления остатков кислот в охлажденную колбу добавляют 10 см³ воды и кипятят 10 мин с момента выделения белых паров, затем охлаждают. Добавление воды и нагревание повторяют еще два раза.

Если при этом образуется осадок, в колбу вносят 20 см³ воды, 2 см³ серной кислоты, 5 см³ соляной кислоты и кипятят до растворения осадка, постоянно дополняя испаряющуюся воду. Полученный минерализат после охлаждения используют для анализа, полностью или количественно переносят водой в мерную колбу, доводят до метки водой и перемешивают.

4.4.1.3 Параллельно проводят минерализацию добавляемых реактивов для контроля их чистоты.

4.4.2 Кислотная минерализация проб растительных масел, маргарина, пищевых жиров для определения содержания меди и железа

Пробу продукта в колбе Кьельдаля, подготовленную к минерализации по 3.3, нагревают на электроплитке 7—8 ч до образования вязкой массы, охлаждают, добавляют 25 см³ азотной кислоты и вновь осторожно нагревают, избегая бурного вспенивания. После прекращения вспенивания колбу с содержимым охлаждают, добавляют еще 25 см³ азотной кислоты и 12 см³ хлорной кислоты и нагревают до получения бесцветной жидкости. Если во время сжигания жидкость темнеет, то к ней добавляют периодически по 5 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до завершения минерализации. Минерализацию считают законченной, если раствор после охлаждения остается бесцветным. Затем продолжают процедуру по 4.4.1.2.

4.4.3 Кислотная минерализация проб сырья и пищевых продуктов, кроме винодельческих продуктов, пива, растительных масел, маргарина, сыров для определения содержания мышьяка

В колбу Кьельдаля с навеской, подготовленной по п. 4.3, вносят азотную кислоту из расчета 2—3 $см^3$ кислоты на 1 г сухих веществ (при этом азотная кислота должна полностью покрывать продукт) и выдерживают не менее 12 ч. После этого в колбу вносят 2—3 стеклянных шарика и медленно нагревают на электроплитке в течение 1,5—2 ч, избегая бурной реакции.

После охлаждения к содержимому колбы осторожно добавляют 10 $см^3$ смеси равных объемов концентрированной серной и азотной кислот и нагревают в течение 1,5—2 ч. Прекращают нагревание, как только парообразование становится чрезмерным.

Если раствор в колбе до этого времени не обесцветился, то колбу охлаждают и добавляют в зависимости от интенсивности окраски азотную кислоту в количестве, равном первоначальному, или смешанный раствор азотной кислоты и перекиси водорода (2:1 по объему) и кипятят еще 0,5—2 ч до обесцвечивания жидкости. Если обесцвечивания не происходит, то вновь добавляют азотную кислоту и кипятят до прекращения выделения бурых паров окислов азота.

В колбе при кипячении всегда должно оставаться не менее 5 $см^3$ жидкости.

Для удаления остатков кислот в колбу добавляют бидистиллированную воду в двойном количестве по отношению к первоначальному количеству азотной кислоты и кипятят до выделения белых паров. Затем в колбу добавляют 20 $см^3$ воды, 0,1—0,2 г сернокислого гидразина и кипятят содержимое колбы в течение 1,5—2 ч. Готовый раствор должен быть бесцветным, допускается соломенно-желтая окраска.

4.4.4 Минерализация проб винодельческих продуктов с перекисью водорода для определения содержания меди

В колбу Кьельдаля с пробой продукта, подготовленной к минерализации по 4.3, добавляют для вин и виноматериалов с массовой концентрацией сахара до 10 $г/дм^3$, коньяков и коньячных спиртов 5 $см^3$ перекиси водорода, для вин и виноматериалов с массовой концентрацией более 10 $г/дм^3$ — 10 $см^3$ перекиси водорода и нагревают на газовой горелке или электроплитке до кипения.

Вина и виноматериалы с массовой концентрацией сахара до 100 $г/дм^3$ кипятят до объема 5—6 $см^3$, затем колбу помещают в кипящую водяную баню и выпаривают содержимое до 2—3 $см^3$

Вина и виноматериалы с массовой концентрацией сахара от 100 $г/дм^3$ и более кипятят до объема 7—10 $см^3$, охлаждают, добавляют еще 5 $см^3$ перекиси водорода, кипятят до объема 5—6 $см^3$, затем выпаривают на водяной бане до объема 2—3 $см^3$.

Если при выпаривании на водяной бане жидкость потемнеет, то после охлаждения добавляют еще 5 $см^3$ перекиси водорода, кипятят до объема 5—6 $см^3$ и вновь выпаривают на водяной бане до 2—3 $см^3$.

После минерализации к содержимому колбы добавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:36) и выпаривают на водяной бане до объема 2—3 $см^3$. Минерализат используют для анализа полностью, без разбавления.

4.5 Параллельно в двух колбах проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты.

5 СПОСОБ КИСЛОТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ (НЕПОЛНОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ)

5.1 Способ основан на экстракции токсичных элементов из пробы продукта кипячением с разбавленными соляной или азотной кислотами и предназначен для растительного и сливочного масел, маргарина, пищевых жиров и сыров.

5.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы, указанные в 4.2, а также указанные ниже.

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

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

Воронка делительная по ГОСТ 25336 ВД-2—250—29/32 ХС.

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

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

5.3 Подготовка к экстракции

Стеклянную посуду, используемую для экстракции, обрабатывают по 4.3.1.

5.4 Экстракция и подготовка экстрактов к анализу

5.4.1 Экстракция проб продукта

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

Примечание — Допускается вместо раствора соляной кислоты применять раствор азотной кислоты (1:2) для указанных продуктов, за исключением сыров, при колориметрическом определении содержания железа.

В колбу добавляют несколько стеклянных шариков, вставляют в нее холодильник, помещают на электроплитку, покрытую асбестом, 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 сливочного масла или жиров, или маргарина с кислотой помещают в холодную водяную баню для затвердевания жира. Затвердевший жир прокалывают стеклянной палочкой, водный слой фильтруют через фильтр, смоченный раствором кислоты, используемой для экстракции, в сосуд, выбор которого определяется дальнейшим ходом анализа и зависит от определяемого элемента (реакционную колбу, колбу Кьельдаля, кварцевую или фарфоровую чашу). Оставшийся в колбе жир расплавляют на водяной бане, добавляют 10 $см^3$ раствора используемой кислоты, встряхивают, охлаждают, после охлаждения жир прокалывают и промывную жидкость сливают в тот же сосуд через тот же фильтр, затем фильтр промывают 5—7 $см^3$ воды.

Экстракционную смесь растительного масла с кислотой переносят в делительную воронку. Колбу ополаскивают 10 $см^3$ раствора используемой кислоты, который сливают в ту же воронку. После разделения слоев нижний водный слой сливают через фильтр, смоченный раствором используемой кислоты, в сосуд, выбор которого определяется дальнейшим ходом анализа, затем фильтр промывают 5—7 $дм^3$ воды.

Экстракционную смесь сыра с кислотой фильтруют через фильтр, смоченный раствором кислоты, в сосуд, выбор которого определяется дальнейшим ходом анализа. Колбу ополаскивают 10 $см^3$ раствора кислоты, который фильтруют через тот же фильтр, затем фильтр промывают 5—7 $см^3$ воды.

5.4.2 Подготовка экстрактов к определению содержания мышьяка

При использовании для экстракции раствора соляной кислоты экстракционную смесь, полученную по 5.4.1, фильтруют сразу в реакционную колбу для отгонки мышьяковистого ангидрида.

При использовании для экстракции раствора азотной кислоты экстракционную смесь, полученную по 5.4.1, фильтруют в коническую колбу, вносят 0,2 г сернокислого гидразина и кипятят содержимое колбы в течение 1,5—2 ч. Затем раствор количественно переносят в реакционную колбу для отгонки мышьяковистого ангидрида, смывая колбу порциями воды.

5.4.3 Подготовка экстрактов к колориметрическому определению содержания меди и железа

Экстракционную смесь, полученную по 5.4.1, фильтруют в колбу Кьельдаля. При использовании для экстракции раствора азотной кислоты содержимое колбы упаривают на электроплитке до объема 5—7 $см^3$, колбу охлаждают, добавляют 1 $см^3$ хлорной кислоты и кипятят до получения бесцветного или слабоокрашенного раствора.

При использовании для экстракции раствора соляной кислоты в колбу вносят 5 $см^3$ азотной кислоты, упаривают на электроплитке до объема 5—7 $см^3$, колбу охлаждают, добавляют 4 $см^3$ азотной кислоты и 1 $см^3$ хлорной кислоты и кипятят до получения бесцветного или слабоокрашенного раствора.

При определении меди в растительных маслах и маргарине обработку экстрактов не проводят.

Для удаления остатков кислот в охлажденную колбу с экстракционной смесью добавляют 10 $см^3$ воды и кипятят 10 мин, затем охлаждают. Добавление воды и нагревание повторяют еще два раза. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу. Объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

5.4.4 Подготовка экстрактов для полярографического и атомно-абсорбционного анализа

Экстракционную смесь, полученную по 5.4.1, фильтруют в кварцевую или фарфоровую чашу. Жидкость осторожно выпаривают, а затем обугливают на электроплитке. Затем чашу помещают в электропечь и далее продолжают минерализацию по 3.4.2.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 16—531.639—78 Электрошкаф сушильный СНОЛ — 3, 5.3, 5.3, 5/3—И3
[1а] ТУ 64—1.1411—76 Шкаф сушильный электрический круглый
[2] ТУ 16—531.704—81 Электропечь сопротивления камерная лабораторная СНОЛ — 1, 6.2, 5.1/11 — И2
[3] ТУ 64—1.2451—78 Аппарат универсальный для встряхивания жидкостей в колбах и пробирках
[4] ТУ 64—1.973—76 Щипцы тигельные ЩТ
[5] ТУ 64—1.2850—80 Баня водяная лабораторная с электрическим или огневым подогревом
[6] ТУ 6—09.1678—86 Фильтры обеззоленные
[7] ТУ 64—1.707—76 Штатив лабораторный
[8] ТУ 6—09.2878—84 Кислота хлорная

УДК 664.620.118:006.354 МКС 67.050 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: сухая минерализация, озоление, мокрая минерализация, кислотная минерализация, кислотная экстракция, токсичные элементы, полярография, атомно-абсорбционная спектрофотометрия

gost.e-ecolog.ru