УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
18.11.77 № 1780-77

Методические указания по определению меди в компотах, соках, варенье, маринадах колометрическим методом*

Настоящие методические указания распространяются на метод определения содержания меди в компотах, соках, варенье, маринадах из сырья, обработанного бордоской жидкостью при санитарном контроле.

Краткая характеристика препарата. Бордоская жидкость представляет смесь равных количеств сульфата меди и негашеной извести. При взаимодействии этих веществ образуются различные основные соединения сернокислой меди, которые выпадают в виде взвешенного аморфного осадка. Полученная жидкость имеет цвет бирюзы. ДОК медного купороса во фруктах 5,0 мг/кг.

Методика определения меди в компотах, соках, варенье, маринадах колориметрическим методом. *Основные положения.* Принцип метода. Метод основан на образовании диэтилдитиокарбамината меди после озоления пробы, сернокислотного гидролиза и обработки остатка диэтилдитиокарбаматом натрия.

Предел обнаружения 2 мкг меди в пробе, что соответствует 8 мкг бордоской жидкости.

Реактивы и растворы. Кислота серная, 5 %-ный раствор. Стандартный раствор сульфата меди с содержанием 100 мкг/мл меди: растворяют 0,0393 г сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) в 100 мл 5 %-ной серной кислоты. Диэтилдитиокарбамат натрия, 0,1 %-ный водный раствор. Аммиак, 5 %-ный раствор. Углерод четыреххлористый х. ч. Натрий сернокислый безводный, прокаленный.

---

* Методические указания разработаны В. А. Давтян (АрмНИИ виноградарства, виноделия и плодоводства).

gost.e-ecolog.ru

Приборы и посуда. Фотоколориметр ФЭК-М. Кюветы, толщина слоя 10 мм. Весы аналитические. Колбы мерные на 100 мл. Пипетки разные. Воронки химические. Воронки делительные на 50 мл.

Подготовка к определению. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов (см. табл. 40 в предыдущем методическом указании).

Шкала стандартов для построения градуировочного графика

Компонент градуировочных растворов иих объем, мл	Номера градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор сульфата меди	–	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Серная кислота, 5 %-ный раствор	5,0	4,95	4,9	4,8	4,7	4,6	4,5
Аммиак, 5 %-ный раствор	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Диэтилдитиокарбамат натрия, 0,1 %-ный раствор	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Четыреххлористый углерод	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Содержание меди, мкг		5	10	20	30	40	50

Градуировочные растворы вносят в делительные воронки и энергично перемешивают в течение 3—5 мин, после отстаивания измеряют оптическую плотность слоя четыреххлористого углерода на ФЭКе с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм. По полученным данным строят градуировочный график.

Ход анализа. *Экстракция и очистка экстракта.* Среднюю пробу 500 г, включая жидкость, тщательно растирают в ступке (в абрикосах косточки отбрасывают). Из этой массы на одно определение отбирают 10 г и помещают в тигель. Высушивают в сушильном шкафу при температуре 80—90 °С до сухого остатка, после чего нагревают на электроплитке с асбестовой сеткой до обугливания. Для полного сжигания органических веществ к охлажденному обугленному остатку добавляют 0,1—0,2 мл смеси концентрированных азотной и серной кислоты (1 : 1) и озоляют при температуре 450—500 °С до получения светлого неорганического остатка (при температуре 550—600 °С соли меди могут улетучиваться).

Озоление в муфельной печи следует проводить в вытяжном шкафу. После охлаждения золу растворяют в 10 мл 5 %-ной серной кислоты и хорошо перемешивают стеклянной палочкой. Из этого раствора отби-

рают 5 мл, переносят в делительную воронку объемом 50 мл и прибавляют 3 мл 5 %-ного раствора аммиака. После прибавления реактива содержимое воронки перемешивают, добавляют 2 мл 0,1 %-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия и вновь перемешивают. Вносят 5 мл четыреххлористого углерода и встряхивают 3—5 мин. После отстаивания эмульсии отделяют водный слой и фильтруют окрашенный слой четыреххлористого углерода через безводный сернокислый натрий и колориметрируют.

Обработка результатов анализа. Содержание препарата в анализируемой пробе (X, мг/кг) рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{2\,(A - A_1)\,3{,}9}{P}, \text{ где}$$

A – количество Cu (II) в анализируемой пробе, найденное по градуировочному графику, мг;

A_1 – содержание Cu (II) в контрольной пробе. Эта величина может быть рассчитана из данных о среднем содержании меди в продуктах переработки, мг/кг,

P – навеска пробы, кг;

3,9 – коэффициент пересчета Cu (II) на $CuSO_4 \cdot 5H_2O$;

2 – коэффициент пересчета на всю пробу.

gost.e-ecolog.ru