

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ И НАПИТКИ ПИЩЕВЫЕ И ВКУСОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

ГОСТ 5512—50

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.001.4+663/.665.3.001.4 : 006.354 Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ И НАПИТКИ ПИЩЕВЫЕ И ВКУСОВЫЕ

Методы определения мышьяка

Food and flavouring products and drinks.
Methods for determination of arsenic

ГОСТ 5512—50

Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов при Совете Министров Союза ССР 14 июля 1950 г. Срок действия установлен

с 01.08.50
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на методы определения мышьяка в пищевых и вкусовых продуктах и напитках.

Применение метода устанавливается в стандартах, ведомственных технических условиях или иной технической документации на каждый вид пищевых и вкусовых продуктов и напитков.

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. Для проведения определения применяется следующая аппаратура:

а) приборы для выделения мышьяка (в тексте);
б) колбы Кьельдаля емкостью 100; 250 и 500 см^3;
в) колбы конические емкостью 100 и 200 см^3;
г) колбы мерные емкостью 50 см^3;
д) пробирки химические;
е) сетки асбестовые;
ж) чашки фарфоровые диаметром около 7 см;
з) штативы железные;
и) стаканчики для взвешивания.

2. Для проведения определения применяются следующие реактивы и материалы:

а) гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74;
б) калий хлористый по ГОСТ 4234—77 в кристаллах;
в) кислота азотная по ГОСТ 4461—77 (плотность 1,4), концентрированная и 10%-ный раствор;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Ноябрь 1987 г.

© Издательство стандартов, 1988

г) кислота серная по ГОСТ 4204—77 (плотность 1,835), концентрированная, 1 : 4 и 1: 8 (по объему);

д) кислота соляная по ГОСТ 3118—77 (плотность 1,1885), 10%-ный раствор;

е) мышьяк, типовой раствор: 13,2 мг перекристаллизованного и очищенного возгонкой мышьяковистого ангидрида растворяют в небольшом количестве 10%-ного раствора едкого натра; раствор переводят в колбу Кьельдаля емкостью 100 см³, смывают остаток из стаканчика небольшим количеством дистиллированной воды в ту же колбу, добавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты (без As) и содержимое колбы нагревают, укрепив последнюю на штативе до появления паров серной кислоты; затем раствор охлаждают и, добавив к нему 0,1 г гидразина сернокислого через стеклянную трубку, не доходящую до содержимого колбы на несколько сантиметров, нагревают до кипения, которое поддерживают 10 мин; охлажденный раствор количественно переводят в мерную литровую колбу и добавляют дистиллированную воду до метки; 1 см³ такого раствора содержит 0,01 мг As или 10γ As; для приготовления рабочего раствора 10 см³ типового раствора разводят в мерной колбе емкостью 100 см³; 1 см³ рабочего раствора содержит 0,001 мг As;

ж) натр едкий по ГОСТ 4328—77;

з) олово хлористое в кристаллах по ГОСТ 36—78;

и) парафин, 5%-ный раствор в петролейном эфире;

к) реактив антипириновый: 1 г чистого антипирина и 2 г йодистого калия по ГОСТ 4232—74 растворяют в 30 см³ дистиллированной воды;

л) ртуть бромная; продажную бромную ртуть помещают в фарфоровую чашку и, покрыв воронкой, нагревают на песочной бане; для охлаждения стенки воронки покрывают слоем мокрой фильтровальной бумаги; 2,5 г очищенной бромной ртути растворяют в 50 см³ этилового спирта;

м) свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67 (СТ СЭВ 263—76), 5%-ный раствор;

н) спирт этиловый по ГОСТ 5962—67;

о) цинк металлический;

п) эфир петролейный;

р) эфир серный;

с) бромно-ртутная бумажка; беззольные фильтры разрезают на полоски (кружки) необходимых размеров, погружают на 1—2 мин в спиртовой раствор бромной ртути, укладывают на стеклянные палочки и сушат; бромно-ртутные бумажки хранят в темной склянке с хорошо притертой пробкой, в темном месте;

т) проволока медная.

3. Перед началом исследования проводится контрольный опыт на чистоту реактивов.

Применяемые реактивы и материалы не должны содержать мышьяка.

II. ОТБОР ПРОБ И ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4. Отбор проб производят по стандарту на соответствующий продукт, а в случае отсутствия стандарта — по ВТУ или иной технической документации.

5. В продуктах и напитках, в которых присутствие мышьяка не допускается, его определение производят качественными реакциями.

6. Для качественных реакций на мышьяк берут навески:

для продуктов сухих и плотной консистенции (мука, концентраты) . . . . . 10 г

для продуктов с более значительным количеством влаги (консервы) . . . . . 20 г

для жидких веществ (напитки) . . . . . 25—50 см³

7. Для количественного определения мышьяка из отобранной пробы берут навеску, величина которой устанавливается по следующей таблице:

Номер п/п	Наименование продукта	Навеска, г
1	Дрожжи (белковая дрожжевая масса)	5
2	Желатина	10
3	Кислоты:	
	виннокаменная	10
	лимонная	10
	молочная	10
	уксусная концентрированная	1
	уксус столовый	20 см³
	фосфорная	10
4	Краска амарант	2
5	Кубики мясные	1
6	Пюре яблочное	10
7	Сера	1
8	Тальк	2

8. Для количественного определения мышьяка в пищевых и вкусовых продуктах и напитках, не перечисленных в таблице п. 7 настоящего стандарта, берут навеску, исходя из содержания сухого остатка в исследуемом веществе, в количестве около 5 г.

9. Взвешивания производят с точностью до 0,01 г.

10. Результаты испытаний мышьяка выражаются в мг на 1 кг или на 1 дм³ продукта.

III. КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА ЦИНКОКИСЛОТНЫМ МЕТОДОМ

11. В колбу емкостью 200 см³ аппарата (см. черт. 1) для определения мышьяка вносят испытуемое вещество: жидкое — в количестве 25 см³ и плотной консистенции — 10 г. К жидким веществам добавляют равный объем серной кислоты, разведенной 1:4; к веществам плотной консистенции добавляют 50 см³ серной кислоты, разведенной 1 : 8. Содержимое колбы хорошо перемешивают и охлаждают (если нужно). К содержимому колбы (которое должно быть в холодном состоянии) добавляют 0,2 г хлористого олова и 2 г цинка, закрывают насадкой, содержащей вату, обработанную уксуснокислым свинцом, и колбу с полоской бромно-ртутной бумажки (пп. 22 и 23 настоящего стандарта) ставят в темное место. Если через один час при интенсивном выделении водорода (пузырьков) окраска бромно-ртутной полоски не изменится, то считают, что мышьяк не обнаружен.

При положительной реакции присутствие мышьяка подлежат проверке второй качественной реакцией после выделения мышьяка на медную проволоку.

IV. КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА ПОСЛЕ ВЫДЕЛЕНИЯ НА МЕДНУЮ ПРОВОЛОКУ

12. В коническую колбу емкостью 200 см³ помещают навеску испытуемого вещества: 10 г — для сухого вещества, 20 г — для вещества с более значительным количеством влаги и 50 см³ — для жидких веществ.

В колбу добавляют воду и серную кислоту в таком количестве, чтобы общий объем жидкости в колбе составлял 50—55 см³ и содержал 5% серной кислоты; затем вносят 7 г хлористого калия, 0,2 г хлористого олова и хорошо очищенную наждачной бумагой и вытертую чистым полотенцем медную проволоку длиной около 1,5—2,0 см, согнутую в форме рейтера и подвешенную на стеклянном крючке. Содержимое колбы нагревают до кипения, отмечая время, и кипятят один час. По мере выкипания жидкости в колбу добавляют горячую дистиллированную воду до первоначального объема. По окончании опыта проволоку промывают погружением в дистиллированную воду, спирт и эфир, каждый раз удаляя избыток жидкости помещением проволоки на фильтровальную бумагу. После промывания эфиром проволоку оставляют на фильтровальной бумаге на 10—15 мин. В зависимости от количества мышьяка цвет проволоки изменяется от коричневатосерого до черного с зеленоватым оттенком.

13. Возгон налета с медной проволоки. Половину совершенно сухой проволоки помещают в тонкостенный капил-

ляр, диаметр которого немного больше поперечного сечения проволоки. Один конец капилляра запаивают до внесения в него проволоки. Проволока должна доходить до дна капилляра. Запаянный конец капилляра нагревают боковой частью пламени спиртовой горелки так, чтобы дно капилляра только касалось пламени, и наблюдают за образованием белого налета на стенках капилляра у конца проволоки, обращенного к открытому концу капилляра. Если через несколько секунд после начала нагревания не получится налета, то дно капилляра вносят несколько глубже в пламя горелки, но чтобы пламя захватывало не более 2—3 мм края проволоки, и продолжают нагревать еще несколько секунд. Образовавшийся белый налет (при малых количествах мышьяка весьма незначительный), расположенный при правильном возгоне в виде кольца, рассматривают под микроскопом.

Образовавшийся возгон мышьяковистого ангидрида (As_2O_3) состоит из кристаллов не всегда одинаковой формы, но всегда включающий кристаллы, имеющие форму октаэдров и тетраэдров с алмазным блеском, характерную для мышьяковистого ангидрида.

14. На медной проволоке выделяется также сурьма, если последняя присутствует в испытуемом продукте; при этом цвет проволоки изменяется в фиолетовый. При сильном нагревании конца капилляра, содержащего медную проволоку с налетом, сурьма возгоняется, образуя кристаллы, форма которых имеет большое сходство с кристаллами мышьяковистого ангидрида.

15. Для отличия сурьмы от мышьяка проводят следующую реакцию с полученным возгоном.

Обламывают запаянный конец капилляра, удаляют проволоку и вносят конец капилляра в каплю 10%-ной соляной кислоты, помещенную на предметное стекло.

Капилляр с соляной кислотой оставляют на 1—2 мин для растворения окиси сурьмы, выдувают солянокислый раствор из капилляра на чистое предметное стекло и добавляют каплю антипиринового реактива. В присутствии сурьмы образуется золотисто-желтый осадок, который при перемешивании капли собирается в комочки, плавающие на поверхности жидкости. Мышьяк не дает реакции с антипириновым реактивом.

Примечание. Применяемые реактивы не должны содержать сурьмы.

Разд. V. Количественное определение мышьяка колориметрическим методом (арбитражный метод) — по ГОСТ 26929-86, ГОСТ 26930—86.

Разд. VI. Количественное определение мышьяка электроколориметрическим методом — по ГОСТ 26929—86, ГОСТ 26930—86.

gost.e-ecolog.ru