ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОНСЕРВЫ И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ И МОРЕПРОДУКТОВ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

ГОСТ 28914—91

Издание официальное

БЗ 2—91/93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. М. Трофимова*

Сдано в наб 26.03.91 Подп. в печ. 25.04.91 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,43 уч.-изд. л.
Тир 8000 Цена 20 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 217

УДК 664.95:543.06:006.354 Группа Н59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНСЕРВЫ И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ И МОРЕПРОДУКТОВ

Метод определения алюминия

Canned and preserved fish and seaproducts.
Method for determination of aluminium

ГОСТ 28914—91

ОКСТУ 9209

Срок действия с 01.02.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения алюминия в консервах и пресервах из рыбы и морепродуктов.

Минимальная масса алюминия, определяемая данным методом, 3 мкг в колориметрируемом объеме.

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном оранжево-красное комплексное соединение. Реакция осуществляется при pH 4,5 в присутствии сульфата аммония.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 8756.0.

Соприкосновение с металлическими поверхностями необходимо исключить.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с устройством для отсчета значения оптической плотности и светофильтром с $\lambda_{max} = (540 \pm 5)$ нм по ГОСТ 12083 или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Издание официальное

★

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

pH-метр, обеспечивающий измерение pH с погрешностью не более 0,05.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Щипцы тигельные.

Баня водяная.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1—25, 1—100, 1—250, 1—500 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Воронки стеклянные В-25—38-ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—50 ТХС, В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС, В-1—600 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры бумажные.

Пипетки 4—2—1 или 5—2—1, 4—2—2 или 5—2—2, 6—2—5 или 7—2—5, 6—2—10 или 7—2—10 по ГОСТ 20292.

Бумага индикаторная универсальная.

Термометр ртутный стеклянный ТЛ-2 с ценой деления шкалы 1°С по ТУ 25—2021.003.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329.

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ТУ 6—09—5205, раствор 2 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., раствор (1 : 1).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а., раствор 200 г/дм^3.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, х.ч..

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.; концентрированная (ледяная).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор 100 г/дм^3, раствор (1 : 25).

Кислота салициловая (*о*-оксибензойная), ч.д.а.

Сульфат аммония по ГОСТ 3769, раствор 333 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, трехводный, ч.

Кислота аскорбиновая.

Формальдегид.

Допускается использовать другую аппаратуру, материалы, стеклянную лабораторную посуду и лабораторные весы, обеспечивающие требуемую точность измерения.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора алюминона

0,5 г алюминона растворяют дистиллированной водой в колбе вместимостью 250 см^3. Раствор следует использовать только через

3 дня после приготовления. Хранят раствор алюминона при комнатной температуре в склянке из темного стекла. Срок хранения 3 мес.

При отсутствии аммонийной соли ауринтрикарбоновой кислоты этот реактив приготовляют.

В 44 см³ концентрированной серной кислоты осторожно прибавляют при постоянном перемешивании 4 г тонко размолотого порошка азотистокислого натрия, затем осторожно, в течение 12 мин (1 г в минуту), добавляют 12 г салициловой кислоты. Раствор охлаждают, по каплям приливают 3,5 см³ формальдегида, перемешивают в течение 1 ч и оставляют на 24 ч в холодильнике. Охлажденную смесь приливают к 2000 см³ холодной дистиллированной воды. Выпавший осадок отфильтровывают, хорошо промывают дистиллированной водой, затем раствором соляной кислоты (1 : 25) температурой 50—60°С и снова водой. Промывку повторяют еще два раза.

Промытый осадок на фильтре растворяют раствором водного аммиака (1 : 1). Полученный раствор выпаривают в вакууме. Образовавшийся порошок красного цвета (алюминон) измельчают. Полученный реактив может храниться неограниченное время.

3.2. Приготовление основного стандартного раствора алюминия

1,7580 г алюмокалиевых квасцов помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают около 300 см³ дистиллированной воды и растворяют соль. Осторожно при перемешивании добавляют 5 см³ концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см³ раствора содержится 0,10 мг алюминия. Основной раствор алюминия хранят в колбе с притертой пробкой при комнатной температуре не более 3 мес.

3.3. Приготовление рабочего стандартного раствора алюминия

2 см³ основного стандартного раствора алюминия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.4. Приготовление раствора уксуснокислого аммония

470 см³ водного аммиака помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, осторожно смешивают на холоде с 430 см³ ледяной уксусной кислоты. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор уксуснокислого аммония должен иметь pH 6,0.

3.5. Приготовление ацетатного буферного раствора (pH 4,5)

19,0 г трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 300—400 см³ дистиллированной воды. Затем приливают 8,5 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

pH буферного раствора устанавливают потенциометрически и, при необходимости, доводят раствором гидроокиси натрия до pH 4,5.

3.6. Приготовление раствора сульфата аммония

50 г сульфата аммония растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

3.7. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0 см³ рабочего стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 14,0 мкг алюминия. В каждую колбу добавляют 20 см³ дистиллированной воды, приливают 1 см³ раствора сульфата аммония, перемешивают и вносят 25—30 мг аскорбиновой кислоты. Горло колб смывают дистиллированной водой, встряхивают и оставляют на 10 мин.

В колбы приливают раствор уксуснокислого аммония для доведения pH среды примерно до 4,5 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), добавляют 10 см³ ацетатного буферного раствора, 1 см³ раствора алюминона и оставляют при комнатной температуре на 10 мин.

Колбочки опускают в кипящую водяную баню. Точно через 5 мин колбочки быстро охлаждают до комнатной температуры и доводят содержимое колб до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят раствор сравнения. Он состоит из тех же реактивов, но вместо стандартного раствора берут дистиллированную воду.

Через 30 мин интенсивность окраски определяют на фотоколориметре относительно раствора сравнения в кювете с толщиной рабочего слоя 30 мм при длине волны (540±5) нм.

При построении графика по оси абсцисс откладывают значение количества алюминия в микрограммах, а по оси ординат — значение оптической плотности.

3.8. Минерализация

Минерализацию проводят сухим или мокрым способом по ГОСТ 26929, используя навески 5—10 г.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

После сухой минерализации золу, полученную по п. 3.8, растворяют в 2 см³ раствора соляной кислоты 100 г/дм³ при нагревании на электроплитке, содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Тигель несколько раз обмывают ди-

стиллированной водой температурой 70—80°С, перенося содержимое в ту же колбу. После охлаждения объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой, раствор перемешивают и переносят в сухую полимерную тару с пробкой, фильтруя через бумажный фильтр.

После мокрой минерализации минерализат, полученный по п. 3.8, количественно переносят дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и переносят в полимерную тару с пробкой.

Контрольную пробу готовят аналогично, используя те же реактивы, что и для минерализации образца.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают аликвотный объем минерализата, содержащий 3—8 мкг алюминия. Затем в колбу вносят те же реактивы и проводят те же операции, которые описаны в п.3.7.

Оптическую плотность раствора измеряют, как указано в п. 3.7, по отношению к контрольному раствору.

Контрольный раствор готовят аналогично испытуемому из контрольной пробы, используя те же реактивы и прибавляя их в тех же объемах и последовательности, что и для раствора минерализата.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу алюминия, содержащуюся в аликвотном объеме раствора минерализата, взятом для колориметрирования.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю алюминия (X) млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V}{V_1 \cdot m_1},$$

где m — масса алюминия, значение которой найдено по градуировочному графику, мкг;

V — общий объем минерализата, см^3;

V_1 — аликвотный объем минерализата, используемый для колориметрирования, см^3;

m_1 — масса навески образца, используемая для минерализации, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 15% по отношению к среднему арифметическому значению. Результат округляют до первого десятичного знака.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством рыбного хозяйства СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. А. Романов, Н. Н. Жайворонок (руководитель темы); Г. А. Одоева, Т. Н. Волкова, Л. Г. Асташкина, Е. Б. Бобикова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 22.02.91 № 155

3. Срок проверки — II кв. 1997 г.; периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3117—78	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3769—78	2
ГОСТ 4197—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4329—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8756.0—70	1
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 21400—75	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
[illegible]	3.8
[illegible]5	2
ТУ 25—2021.003—88	2

gost.e-ecolog.ru