ГОСТ 26934—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664:546.47.06:006.354 Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод определения цинка

ГОСТ 26934—86

Raw material and food-stuffs.
Method for determination of zinc

МКС 67.050
ОКСТУ 9109, 9209

Дата введения 01.12.86

для продуктов детского питания и сырья для их производства 01.12.86;

для консервов и сырья для их производства 01.07.88;

для других пищевых продуктов и сырья 01.07.89

Настоящий стандарт распространяется на пищевые сырье и продукты и устанавливает метод определения цинка.

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении цинка полярографированием в режиме переменного тока.

При анализе поваренной соли используют метод, основанный на растворении поваренной соли в воде, разрушении органических соединений и определении цинка полярографированием в режиме переменного тока.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

1.1. Метод отбора проб и подготовки их к испытанию должен быть указан в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Полярограф марки ПУ-1 или других марок, обеспечивающих возможность работы в режиме переменного тока.

Баня водяная.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или других марок.

Баллон стальной по ГОСТ 949.

Редуктор для газопламенной обработки по ГОСТ 13861 с кислородным манометром по ГОСТ 2405.

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

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности по ГОСТ 24104.

Шкаф лабораторный сушильный.

Линейка чертежная мерительная по ГОСТ 17435.

Колбы мерные 2—25—2; 2—50—2; 2—100—2; 2—500—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2—10—18; Кн-2—25—18, Кн-2—250—34 и КН-2—2000—34 по ГОСТ 25336.

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1986
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Пробирки мерные П-2—10 и П-2—15 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$.

Цилиндры 1—25 или 3—25; 1—50 или 3—50; 1—100 или 3—100; 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная фарфоровая № 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Холодильник обратный ХШ—500—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Ареометры без шара А1—1, набор с пределами измерений от 700 до 1840 $кг/м^3$, по ГОСТ 18481.

Фильтры обеззоленные диаметром 5,5 и 9 см, «синяя лента».

Универсальная индикаторная бумага.

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 $г/см^3$.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

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

Хлороформ.

Дитизон, ч.д.а., растворы концентрации в хлороформе 0,01 и 0,30 $г/дм^3$.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., гранулированная и раствор концентрации 600 $г/дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., гранулированная.

Пирогаллол А, ч.д.а., раствор концентрации 250 $г/дм^3$.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, ос.ч. или «О», или другой инертный газ с массовой долей кислорода не более 0,001 %.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147 или аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., очищенный методом изотермической перегонки.

Аммоний хлористый, ос.ч., или по ГОСТ 3773, х.ч.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный, ч.д.а., или аммоний лимоннокислый по ТУ 6—09—01—768, ч.д.а., раствор концентрации 200 $г/дм^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., плотностью 1,40 $г/см^3$.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 или кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., плотностью 1,19 $г/см^3$, разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и раствор концентрации c (HCl) = 1 $моль/дм^3$.

Кальций хлористый 2-водный, ч., прокаленный.

Натрий сернистокислый (сульфит) безводный, ос.ч., или по ГОСТ 195, ч.д.а., раствор концентрации 201,6 $г/дм^3$, свежеприготовленный.

Ртуть по ГОСТ 4658, Р0 или Р1.

Цинк гранулированный, ч.д.а.

Цинка окись, ос.ч., или по ГОСТ 10262, х.ч.

Допускается применять импортные оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Дополнительная подготовка проб и минерализация продукта путем озоления — по ГОСТ 26929.

При анализе поваренной соли минерализацию пробы не проводят.

3.2. Проверка и подготовка лабораторной посуды

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, азотной кислотой плотностью 1,40 $г/см^3$, несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона концентрации 0,01 $г/дм^3$. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона концентрации 0,30 $г/дм^3$ и выдерживают каждый раз по 30 мин, после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона концентрации 0,01 $г/дм^3$.

Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Очистка инертного газа от кислорода

При наличии примеси кислорода более 0,001 % газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

3.4. Очистка аммиака методом изотермической перегонки

На дно эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 $см^3$ водного аммиака по ГОСТ 3760, а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 $см^3$ бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака концентрации от 130 до 150 $г/дм^3$. Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

3.5. Приготовление фоновых электролитов

3.5.1. Фоновый электролит А — раствор концентрации хлористого аммония c (NH_4Cl) = = 1 $моль/дм^3$ и аммиака c (NH_3) = 1 $моль/дм^3$: 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. В колбу добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 17 г аммиака. Необходимый объем раствора аммиака рассчитывают на основе измеренных ареометром показателей плотности (от 63 до 75 $см^3$ водного аммиака, ос. ч., или от 120 до 130 $см^3$ очищенного изотермической перегонкой аммиака, ч. д. а.). Объем в колбе доводят до метки бидистиллированной водой.

Используют при анализе мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; молочных продуктов; желатина; мясных, мясорастительных и плодоовощных консервов; пива.

3.5.2. Фоновый электролит Б — раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$: отмеривают пипеткой 8,2 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе виноматериалов, хлеба и хлебобулочных изделий.

3.5.3. Фоновый электролит В — раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,4 $моль/дм^3$: отмеривают цилиндром 33 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе зерна и продуктов его переработки; хлеба, хлебобулочных и кондитерских изделий.

3.5.2, 3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5.4. Фоновый электролит Д — раствор хлористого натрия концентрации 50 $г/см^3$, содержащий серную кислоту и надсернокислый аммоний; готовят следующим образом: 50,00 г хлористого натрия количественно переносят в коническую колбу вместимостью 2 $дм^3$, растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды, приливают 10 $см^3$ раствора серной кислоты и вносят около 10 г надсернокислого аммония. Кипятят раствор 30 мин, охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

3.5.5. Фоновый электролит Е — раствор хлористого натрия концентрации 50 $г/дм^3$; готовят следующим образом: 50,00 г хлористого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки.

Используют при анализе вакуум-выварочной и чренной соли.

3.5.4, 3.5.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.6. Приготовление основного раствора цинка

3.6.1. 1,000 г гранулированного цинка растворяют в 7 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

3.6.2. 1,242 г окиси цинка, высушенной при (104±1) °С до постоянной массы, растворяют в 3,65 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

3.6.3. Основной раствор хранят не более 1 года. Концентрация цинка в основном растворе равна 1 $мг/см^3$.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят в день испытания последовательным разбавлением основного раствора цинка в 10, 100 и 1000 раз. При измерении концентрации цинка в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление проводят бидистиллированной водой, в остальных случаях — соответствующим фоновым электролитом.

3.7. Приготовление контрольного раствора

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество цинка, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

3.8. Приготовление испытуемого раствора

3.8.1. *При использовании фонового электролита А*

3.8.1.1. При анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, золу, приготовленную по п. 3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 10 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, смывая тигель несколько раз бидистиллированной водой. К раствору в колбе добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 0,85 г аммиака. Необходимый объем этого раствора рассчитывают по его плотности, измеренной ареометром. Объем раствора в колбе доводят до метки бидистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 $мкг/см^3$. В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом.

3.8.1.2. При анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п. 3.1, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 $см^3$ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют в 4 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 1 $моль/дм^3$, добавляют 4 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, смывая его несколько раз фоновым электролитом. Если появляется помутнение раствора, объем добавляемого лимоннокислого аммония следует увеличивать до 5 $см^3$. Объем раствора в колбе доводят до метки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 $мкг/см^3$. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 3.8.1.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.2. *При использовании фонового электролита Б* золу, приготовленную по п. 3.1, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислоты, раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 $см^3$ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании в 5 $см^3$ фонового электролита, охлаждают и фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Смывают тигель и фильтр фоновым электролитом и доводят объем раствора до 10 $см^3$.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 20 $мкг/см^3$. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 3.8.1.1.

3.8.3. *При использовании фонового электролита В* золу, приготовленную по п. 3.1, растворяют в тигле в 8 $см^3$ фонового электролита, внося его порциями по 2 $см^3$ и перемешивая стеклянной палочкой. После полного растворения золы раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, в мерную пробирку, смывают тигель и фильтр тем же раствором и доводят объем до 10 $см^3$.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 20 $мкг/см^3$. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 3.8.1.1.

3.8.4. При анализе поваренной соли 5,00 г соли растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 $см^3$, приливают 1 $см^3$ раствора серной кислоты и вносят около 1 г надсернокислого аммония. Присоединяют обратный холодильник и кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный раствор фильтруют через промытый соляной кислотой (1:1) и дистиллированной водой фильтр в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, смывают колбу и фильтр дистиллированной водой и объем доводят до метки. Концентрация цинка в растворе должна быть 0,2—2,0 $мкг/см^3$. При более высокой концентрации раствор дополнительно разводят фоновым электролитом Д.

Допускается использовать физические методы разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработку ультразвуком), обеспечивающие полноту разрушения примерно 98 %; в этом случае разбавление производят фоновым электролитом Е.

При анализе вакуум-выварочной соли органические соединения не разрушают, а раствор разводят фоновым электролитом Е.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см^3.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 1,0 до минус 1,4 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

При анализе поваренной соли используют электролизер вместимостью 25 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.1.1. *Полярографирование при использовании фонового электролита А*

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см^3 помещают по 8 см^3 контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по п. 3.8.1, и 1 см^3 раствора сульфита натрия. В первую колбу добавляют 1 см^3 бидистиллированной воды. Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку — стандартный раствор цинка в таком количестве, чтобы высота пика цинка на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см^3), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют бидистиллированную воду в объеме, необходимом для доведения его до 10 см^3. Далее поступают так же, как с раствором без добавки.

4.1.2. *Полярографирование при использовании фоновых электролитов Б и В.*

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см^3 помещают по 4 см^3 контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по п. 3.8.2 или 3.8.3. В первую колбу вносят 1 см^3 соответствующего фонового электролита и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно вносят в электролизер, предварительно промытый как в п. 4.1.1, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку так же, как в п. 4.1.1, и далее поступают как с раствором без добавки.

Примечание. При работе по пп. 3.7, 3.8 и 4,1 необходимые объемы жидкостей отбирают только пипетками.

4.1.3. *Полярографирование при использовании фоновых электролитов Д и Е*

25 см^3 испытуемого раствора с помощью пипетки вносят в электролизер, предварительно промытый водой и полярографируемым раствором. Пропускают инертный газ в течение 10 мин, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Далее в электролизер вносят добавку — стандартный раствор цинка в таком объеме, чтобы высота пика цинка на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 0,5 см^3), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита.

Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика цинка.

Аналогично проводят полярографирование контрольного раствора.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю цинка (X) в млн$^{-1}$ (мг/кг) или массовую концентрацию (X) в мг/дм^3 вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0 \cdot B}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_к\right] : m;$$

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1 \cdot V_0 \cdot B}{(H_2 - H_1) \cdot V_1} - m_к\right] : V;$$

где m_1 — масса цинка, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

H_1 — высота пика цинка, полученного при первом полярографировании, мм;

H_2 — высота пика цинка, полученного при втором полярографировании, мм;
$m_к$ — масса цинка в контрольном растворе, мкг;
m — масса навески продукта, взятая для озоления, г;
V_0 — общий объем раствора, приготовленного из озоленной навески, см^3;
V_1 — объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования, см^3;
V — объем продукта, взятый для озоления, см^3;
B — кратность дополнительного разведения при большой концентрации цинка в испытуемом растворе.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

Примечание. При анализе соли m — масса навески в граммах в пересчете на сухое вещество.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при $P = 0{,}95$ 20 % по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

5.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли цинка любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют $\pm 0{,}04 \cdot \overline{X}$.

5.4. Минимальная концентрация цинка, определяемая указанным методом, составляет 0,2 мкг в см^3 полярографируемого раствора.

5.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли цинка одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет $0{,}14 \cdot \overline{X}$.

5.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 40 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0{,}95$.

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Метод основан на предварительном концентрировании цинка и последующем его определении на атомно-абсорбционном спектрофотометре в пламени ацетилен-воздух. Метод используют при арбитражных анализах.

6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Весы лабораторные общего назначения 2-го и 3-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева 100—200 °С.

Центрифуга лабораторная любого типа, обеспечивающая частоту вращения 6000 мин$^{-1}$.

Часы любого типа.

Воронки делительные ВД-1(3)—250 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки стеклянные вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см^3.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—2000 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—25; 1(3)—50; 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч., раствор с массовой долей вещества 25 %.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х.ч.

Метилизобутилкетон по ТУ 6—09—14—32.

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 г/см^3.

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации c (NaOH) = 3 моль/дм^3.

Натрий диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, ч.д.а., раствор с массовой долей вещества 1 %, хранят в посуде из темного стекла.

Натрий лимоннокислый, х.ч., раствор с массовой долей вещества 50 %.

Цинк гранулированный по ГОСТ 589, ч.д.а.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

Стандартные растворы цинка.

Раствор 1, содержащий 1 мг цинка в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: растворяют 1,000 г металлического цинка в 7—10 см^3 раствора соляной кислоты и разбавляют дистиллированной водой до 1 дм^3.

Раствор 2, содержащий 10 мкг цинка в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: отбирают 10 см^3 раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор 3, содержащий 1 мкг цинка в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: отбирают 10 см^3 раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор 4, содержащий 0,1 мкг цинка в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: отбирают 10 см^3 раствора 3 в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а реактивы по качеству не ниже указанных в стандарте.

6.2. Подготовка к испытанию

6.2.1. *Подготовка лабораторной посуды*

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, дистиллированной водой и высушивают.

6.2.2. *Приготовление контрольных растворов*

Контрольный раствор 1 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор пробы. Готовят, используя все реактивы, применяемые при приготовлении испытуемых растворов, в последовательности, указанной в п. 6.2.3.

Контрольный раствор 2 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор сравнения. Готовят, используя все реактивы (кроме стандартных растворов цинка), применяемые при приготовлении растворов сравнения, в последовательности, указанной в п. 6.2.4.

6.2.3. *Приготовление испытуемых растворов*

Навеску соли массой 5,00 г растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды в стакане, приливают 1 см^3 раствора соляной кислоты, вносят примерно 1 г надсернокислого аммония и кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный раствор переносят в делительную воронку, доводят объем раствора до 100 см^3 дистиллированной водой. Приливают 2,5 см^3 раствора хлористого аммония, 2,5 см^3 раствора лимоннокислого натрия и 3 см^3 раствора гидроокиси натрия. Содержимое тщательно перемешивают после добавления каждого реактива, приливают 1 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 бутилового эфира уксусной кислоты и полученную смесь встряхивают в течение 5 мин. После отстаивания отделяют органический слой.

Допускается использовать физические методы разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработку ультразвуком), обеспечивающие полноту разрушения на 98 %.

При анализе вакуум-выварочной соли органические вещества не разрушают.

Допускается использовать метилизобутилкетон вместо бутилового эфира уксусной кислоты.

6.2.4. *Приготовление растворов сравнения*

В пяти делительных воронках растворяют по 5,00 г хлористого натрия в дистиллированной воде и доводят объем до 90 см^3. Приливают по 2,5 см^3 раствора хлористого аммония, по 2,5 см^3 раствора лимоннокислого натрия, по 3 см^3 раствора гидроокиси натрия и тщательно перемешивают. Приливают раствор 3 или 4, объем которых указан в таблице, и перемешивают. Приливают по 2 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, по 10 см^3 бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают 5 мин.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов, $см^3$		Примечание
	Раствор 3	Раствор 4	
1	—	—	Контрольный раствор
2	—	10,0	
3	2	—	
4	10,0	—	
5	14,0	—	
6	18,0	—	

После отстаивания отделяют органический слой.

6.3. Проведение испытания

Атомно-абсорбционный спектрофотометр настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации на резонансную линию 213,9 нм.

Фотометрируя бутиловый эфир уксусной кислоты, устанавливают нуль абсорбции. Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации цинка, затем контрольные и испытуемые растворы.

Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промыть небольшим количеством этилового спирта.

6.4. Обработка результатов

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую долю цинка в микрограммах (мкг), а по оси ординат — соответствующие значения абсорбции с учетом результатов контрольного опыта.

Массовую долю цинка в испытуемом растворе поваренной соли в микрограммах (мкг) находят по градуировочному графику.

Массовую долю цинка (X_6) в $млн^{-1}$ (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1}{m},$$

где m_1 — массовая доля цинка в испытуемой пробе, определенная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение ($\overline{X}_6$) результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20 % по отношению к среднеарифметическому значению при доверительной вероятности $P = 0{,}95$. Окончательный результат испытания округляют до второго десятичного знака. Минимальная концентрация цинка, определяемая данным методом, составляет 0,5 мкг (0,1 $млн^{-1}$ или 0,1 мг/кг) в исследуемой пробе массой 5 г.

Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 40 % по отношению к среднеарифметическому значению при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством здравоохранения СССР и Государственной комиссией Совета Министров СССР по продовольствию и закупкам**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.86 № 1776**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 5370—58 в части метода определения цинка**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Наименование НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Наименование НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 10262—73	2
ГОСТ 589—85	6.1	ГОСТ 13861—89	2
ГОСТ 949—73	2	ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 1770—74	2, 6.1	ГОСТ 14919—83	2, 6.1
ГОСТ 2405—88	2	ГОСТ 17435—72	2
ГОСТ 3118—77	2, 6.1	ГОСТ 18481—81	2
ГОСТ 3760—79	2, 3.4	ГОСТ 20478—75	2, 6.1
ГОСТ 3773—72	2, 6.1	ГОСТ 22300—76	6.1
ГОСТ 4204—77	2, 6.1	ГОСТ 24104—88	2, 6.1
ГОСТ 4328—77	2, 6.1	ГОСТ 24147—80	2
ГОСТ 4461—77	2	ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 4658—73	2	ГОСТ 25336—80	2, 6.1
ГОСТ 6709—72	2, 6.1	ГОСТ 26929—94	3.1
ГОСТ 8864—71	6.1	ТУ 6—09—01—768—89	2
ГОСТ 9147—80	2	ТУ 6—09—14—32—76	6.1
ГОСТ 9293—74	2		

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 12.07.91 № 1245**

6. **ИЗДАНИЕ (март 2010 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 3—91)**

gost.e-ecolog.ru