ГОСТ 26932—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664:546.815.06:006.354 Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения свинца

ГОСТ 26932—86

Raw material and food-stuffs.
Methods for determination of lead

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, винодельческой продукции 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 свинца.

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

При анализе поваренной соли используют метод, основанный на растворении поваренной соли в воде, разрушении органических соединений и определении свинца 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 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2—10—18, Кн-2—25—18, Кн-2—250—34 и Кн-2—200—34 по ГОСТ 25336.

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

* 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

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

Воронки делительные ВД-3—250—29/32 ХС и ВД-3—500—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—10 или 2—10, 1—25 или 3—25, 1—50 или 3—50, 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770.

Чашка выпарительная фарфоровая № 4 или 5 по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

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

Банки фторопластовые или полиэтиленовые вместимостью 1 $дм^3$.

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

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хлороформ.

Дитизон по ТУ 6—09—07—1684, ч.д.а., растворы в хлороформе концентраций 0,01; 0,30; 0,20 и 1,00 $г/дм^3$.

Тимоловый синий, ч.д.а., раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

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

Кальций хлористый 2-водный по ТУ 6—09—50—77, ч., прокаленный.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 или кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч., плотностью 1,40 $г/см^3$ и разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и (1:2).

Кислота лимонная, ос.ч., или кислота лимонная по ГОСТ 3652, х.ч.

Кислота ортофосфорная, х.ч., плотностью 1,72 $г/см^3$, разбавленная бидистиллированной водой (1:3).

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) = 0,2 $моль/дм^3$.

Кислота хлорная, х.ч., плотностью 1,50 $г/см^3$, раствор с массовой долей 57 %, или ч.д.а., плотностью 1,32 $г/см^3$, раствор с массовой долей 42 %; раствор, разбавленный бидистиллированной водой при использовании кислоты квалификации х.ч. (10:9) или ч. д. а. (10:4).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а., гранулированная, растворы концентрации c (NaOH) = 0,02 $моль/дм^3$ и массовой концентрации 100 и 500 $г/дм^3$.

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 лимоннокислый двузамещенный по ТУ 6—09—01—755, ч.д.а., или аммоний лимоннокислый по ТУ 6—09—01—768, ч. д. а., раствор концентрации 200 $г/дм^3$.

Ртуть по ГОСТ 4658, Р0 или Р1.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, х.ч.

Универсальная индикаторная бумага.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч., предварительно очищенный, раствор концентрации 250 $г/дм^3$.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х.ч.

Магний хлористый шестиводный по ГОСТ 4209, х.ч.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

Натрий лимоннокислый трехводный по ГОСТ 22280, х.ч., очищенный, раствор массовой концентрации 500 $г/дм^3$.

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

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 продуктов 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 дне 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.

3.4а. Очистка растворов для анализа поваренной соли

Приготовление раствора хлористого аммония. Растворяют 250 г хлористого аммония в бидистиллированной воде, разбавляют объем до 1 дм^3 бидистиллированной водой и доводят аммиаком pH до 8—9 (по универсальной индикаторной бумаге). Экстрагируют тяжелые металлы раствором дитизона в хлороформе порциями по 10 см^3 в течение 2 мин до прекращения изменений зеленой окраски. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 г/дм^3, затем 0,2 г/дм^3. Экстракты отбрасывают, полученный раствор нейтрализуют (по индикаторной бумаге) соляной кислотой концентрации c (HCl) = 0,2 моль/дм^3 до pH 5—6 и фильтруют через фильтр «белая лента», предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой.

Приготовление раствора лимоннокислого натрия. 500 г препарата квалификации х. ч. растворяют бидистиллированной водой, разбавляют объем раствора до 1 дм^3 бидистиллированной водой и очищают раствором дитизона, аналогично раствору хлористого аммония.

Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм^3. 250 г препарата квалификации х. ч. растворяют при непрерывном охлаждении в 250 см^3 бидистиллированной воды, переносят в делительную воронку вместимостью 500 см^3 и встряхивают в течение 10 мин с примерно 0,005 моль свежеосажденной гидроокиси магния [вводят в виде суспензии концентрации c ($Mg(OH)_2$) = 0,005 моль/см^3]. Дают осадку осесть и сливают суспензию гидроокиси натрия. Операцию повторяют дважды. Раствор хранят во фторопластовой или полиэтиленовой посуде в холодильнике не более 7 сут.

Раствор гидроокиси натрия концентрации 100 г/дм^3 получают соответствующим разбавлением раствора гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм^3.

Приготовление суспензии гидроокиси магния. Готовят (непосредственно перед использованием) растворением 102,5 г хлористого шестиводного магния в 200 см^3 бидистиллированной воды в конической колбе вместимостью 2 дм^3, нагревают до 80—90 °С, вводят 100 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации 500 г/дм^3 и немедленно разбавляют полученную суспензию горячей бидистиллированной водой (70—80 °С) до объема примерно 2 дм^3. Дают осадку осесть, сифонируют прозрачную жидкость, приливают бидистиллированную воду до объема 2 дм^3, взбалтывают суспензию в течение 3 мин, дают осадку осесть и сифонируют прозрачную жидкость. Операцию повторяют дважды. Полученную суспензию разбавляют бидистиллированной водой до объема примерно 100 см^3, 1 см^3 приготовленной суспензии содержит 0,005 моль гидроокиси магния.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.5. Приготовление фоновых электролитов

3.5.1 Фоновый электролит А — смешанный раствор ортофосфорной кислоты концентрации c ($^1/_3$ H_3PO_4) = 1,3 моль/дм^3 и хлорной кислоты концентрации c ($HClO_4$) = 0,7 моль/дм^3: смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоту и бидистиллированную воду в соотношении 3:2:5.

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

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 мяса, мясопродуктов; мяса птицы, яиц и продуктов их переработки; желатина; 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 кислоты плотностью 1,19 г/см^3 в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой.

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

3.5.1—3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5.4. Фоновый электролит Ж — раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,2 моль/дм^3. Для его приготовления 16,4 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят бидистиллированной водой до метки.

Используют при анализе поваренной соли.

Фоновый электролит Е — раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм^3. Используют при анализе тех видов поваренной соли, для которых не требуется предварительного экстракционного выделения свинца.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.6. Приготовление основного раствора свинца

Свинец азотнокислый перекристаллизовывают и высушивают при (104±1) °С до постоянной массы. 1,599 г высушенной соли растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. В колбу добавляют 5 см^3 азотной кислоты плотностью 1,40 г/см^3 и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 1 года. Концентрация свинца в основном растворе равна 1 мг/см^3.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора свинца. При измерении концентрации свинца 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 свинца, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

3.8. Приготовление испытуемого раствора

3.8.1. При использовании фонового электролита А золу, приготовленную по п. 3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см^3 разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2 см^3 разбавленной хлорной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют 3 см^3 разбавленной ортофосфорной кислоты и 3 см^3 бидистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают отстояться осадку. Раствор фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Тигель и фильтр смывают бидистиллированной водой, доводя объем до 10 см^3.

3.8.2. При использовании фонового электролита Б золу, полученную 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 на водяной бане 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.

3.8.3. При использовании фонового электролита В золу, полученную 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.

3.8.4. Предварительное экстракционное выделение свинца используют в тех случаях, когда при полярографировании испытуемых растворов, приготовленных по пп. 3.8.1—3.8.3, не удается получить четкий пик свинца в связи с возникновением помех вследствие присутствия в золе мешающих элементов.

3.8.4.1. При анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, золу, полученную по п. 3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см^3 разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 25 см^3 бидистиллированной воды и 2 г лимонной кислоты.

После растворения лимонной кислоты добавляют 1 $см^3$ раствора тимолового синего и доводят pH примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака при охлаждении пробы в ледяной бане. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего. Если при подщелачивании раствором аммиака образуется осадок, увеличивают количество добавляемой лимонной кислоты.

Раствор количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 или 500 $см^3$ и, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой, доводят объем до величины около 150 $см^3$.

Свинец несколько раз экстрагируют раствором дитизона порциями по 5 $см^3$ до прекращения изменения цвета, встряхивая в делительной воронке каждый раз по 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 $г/дм^3$, затем — 0,2 $г/дм^3$.

Дитизоновые экстракты собирают в делительной воронке, промывают 50 $см^3$ бидистиллированной воды и переносят в другую делительную воронку. Водный слой промывают 5 $см^3$ хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизоновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизоновыми экстрактами добавляют 30 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,2 $моль/дм^3$, встряхивают в течение 2 мин и оставляют до разделения слоев. Дитизоновый раствор в хлороформе отбрасывают.

Оставшийся в делительной воронке раствор соляной кислоты промывают 5 $см^3$ хлороформа. Хлороформ отбрасывают. Раствор фильтруют в тигель через обеззоленный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,2 $моль/дм^3$. Делительную воронку и фильтр смывают два раза бидистиллированной водой порциями по 10 $см^3$. Промывные воды присоединяют к раствору соляной кислоты, выпаривают на электроплитке при слабом нагреве до объема около 1 $см^3$ и затем досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 10 $см^3$ фонового электролита Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.8.4.2. При анализе молока и молочных продуктов золу, полученную по п. 3.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 7 $см^3$ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 13 $см^3$ бидистиллированной воды и количественно переносят его в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой. Добавляют 20 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 1 $см^3$ раствора тимолового синего и доводят pH примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего.

Свинец экстрагируют дитизоном и обрабатывают пробу по п. 3.8.4.1.

3.8.4.3. При анализе садочной, самосадочной и каменной поваренной соли в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают 25,00 г поваренной соли, растворяют в 200 $см^3$ воды, приливают 1 $см^3$ серной кислоты, вносят примерно 1 г надсернокислого аммония, присоединяют обратный холодильник и кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой, в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем раствора до 400 $см^3$. Приливают 20 $см^3$ раствора хлористого аммония, 15 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации 100 $г/дм^3$ и 10 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия. Свинец несколько раз экстрагируют раствором дитизона, добавляя порциями по 5 $см^3$ до прекращения изменения его цвета и встряхивая в делительной воронке по 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 $г/дм^3$, затем 0,2 $г/дм^3$. Дитизоновые экстракты собирают в делительной воронке вместимостью 250 $см^3$ и промывают двумя порциями по 50 $см^3$ бидистиллированной воды. Водный слой промывают 5 $см^3$ хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизоновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизоновыми экстрактами добавляют 2 $см^3$ соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,2 $моль/дм^3$ и интенсивно встряхивают в течение 2 мин. Реэкстракцию повторяют дважды.

Объединенный реэкстракт фильтруют в мерную пробирку через фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом Е, смывают фильтр и делительную воронку тем же электролитом и доводят объем до 10 $см^3$.

3.8.4.4. При анализе вакуум-выварочной поваренной соли в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают 25,00 г поваренной соли, растворяют в 200 $см^3$ воды и фильтруют полученный раствор через фильтр «синяя лента», предварительно промытый соляной кислотой (1:1) и бидистиллированной водой, в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, и далее анализ проводят, как описано в п. 3.8.4.3.

3.8.5. При анализе поваренной соли с содержанием свинца более 2 мг/кг (ярко-красное окрашивание дитизонового слоя при экстрагировании свинца по пп. 3.8.4.3 и 3.8.4.4) 5,00 г соли раство-

ряют в 100 см^3 дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 см^3, приливают 1 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 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 «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3, смывают колбу и фильтр дистиллированной водой и объем доводят до метки.

При анализе чренной и вакуум-выварочной соли обработку раствора соли кипячением с серной кислотой и надсернокислым аммонием не проводят.

3.8.4.3, 3.8.4.4, 3.8.5. **(Введены 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 0,4 до минус 0,8 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

4.1.1. *Прямое полярографирование*

Используют в тех случаях, когда массовая доля свинца в пробе обеспечивает получение четкого пика металла на полярограмме, а состав элементов в золе не создает помех.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см^3 помещают по 4 см^3 контрольного или испытуемого раствора по пп. 3.7 или 3.8. В первую колбу добавляют 1 см^3 соответствующего фонового электролита или бидистиллированной воды (при работе с фоновым электролитом А) и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика свинца.

Во вторую колбу вносят добавку — стандартный раствор в таком количестве, чтобы высота пика свинца 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 фоновый электролит или бидистиллированную воду (при работе с фоновым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5 см^3. Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика свинца.

4.1.2. *Полярографирование с предварительным внесением свинца в испытуемый раствор*

Используют при анализе образцов с низкой массовой долей свинца или в тех случаях, когда на полярограмме вследствие помех из-за сложного элементарного состава золы наблюдается только нечеткий изгиб в области пика свинца.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см^3 помещают по 4 см^3 контрольного или испытуемого раствора и добавляют минимальное количество свинца (0,2—0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на полярограмме четкого пика свинца. Далее поступают по п. 4.1.1.

Примечание. При работе по пп. 3.8, 4.1.1 и 4.1.2 необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками.

4.2. При анализе поваренной соли без предварительного экстракционного отделения свинца измерение проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 25 см^3.

В электролизер помещают 25 см^3 испытуемого раствора соли и пропускают инертный газ в течение 10 мин. Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,4 до минус 0,8 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

Затем в электролизер вносят добавку — стандартный раствор свинца в таком количестве, чтобы высота пика свинца 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 и определяемого элемента. Пропускают инертный газ и проводят полярографирование в тех же условиях.

Аналогично полярографируют контрольный раствор.

(Введен дополнительно, Изм. №1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свинца (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:

при прямом полярографировании:

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

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

при полярографировании с предварительным внесением свинца в полярографируемый раствор:

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1}{(H_2 - H_1)} - m_2\right] \cdot \frac{V_0}{V_1 \cdot m};$$

$$X = \left[\frac{m_1 \cdot H_1}{(H_2 - H_1)} - m_2\right] \cdot \frac{V_0}{V_1 \cdot V},$$

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

$m_к$ — масса свинца в контрольном растворе, мкг;

m — масса навески продукта, взятая для озоления, г;

m_2 — масса свинца, предварительно добавленная для получения четкого пика свинца, мкг;

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

H_2 — высота пика свинца, полученного при втором полярографировании, мм;

V_0 — общий объем испытуемого 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.

Вычисление производят до третьего десятичного знака.

5.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при $P = 0{,}95$ 30 % по отношению к среднеарифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

5.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли свинца любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют $\pm 0{,}05 \cdot \overline{X}$.

5.4. Минимальная концентрация свинца, определяемая указанным методом, составляет 0,06 мкг в см^3 полярографируемого раствора.

5.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли свинца одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет $0{,}22 \cdot \overline{X}$.

5.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0{,}95$.

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Метод основан на предварительном концентрировании свинца 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.

Ацетилен газообразный технический по ГОСТ 5457.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го и 3-го классов точности 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$^{-1}$.

Воронки делительные ВД-1—50 ХС; ВД-1—500 ХС по ГОСТ 25336.
Колбы мерные 2—100—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.
Пипетки стеклянные вместимостью 1, 2, 5, 10, 50 и 100 $см^3$.
Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336.
Стаканы В-1—2000 ТХС по ГОСТ 25336.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч., раствор с массовой долей 25 %.
Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х. ч.
Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300, х. ч., или метилизобутилкетон по ТУ 6—09—14—32.
Вода бидистиллированная.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Кальций хлористый по ГОСТ 450, раствор концентрации c ($CaCl_2$) =1 моль/$дм^3$.
Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос.ч., плотностью 1,40 г/$см^3$.
Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос.ч., или по ГОСТ 3118, х.ч., плотностью 1,19 г/$см^3$ и разбавленная бидистиллированной водой (1:1).
Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 г/$см^3$.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации c (NaOH) = 1 и 3 моль/$дм^3$.
Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280, х.ч., раствор с массовой долей 50 %.
Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156, раствор концентрации c ($^1/_2$ Na_2CO_3) = 1 моль/$дм^3$.
Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.
Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, ч.д.а., раствор с массовой долей 1 %. Хранят в посуде из темного стекла.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.
Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, х.ч.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.
Универсальная индикаторная бумага.
Стандартные растворы свинца.
Раствор 1, содержащий 1 г свинца в 1 $дм^3$ раствора; готовят следующим образом: растворяют 1,5385 г азотнокислого свинца примерно в 200 $см^3$ бидистиллированной воды, прибавляют 1,5 $см^3$ азотной кислоты и разбавляют бидистиллированной водой до 1 $дм^3$.
Раствор 2, содержащий 10 мкг свинца в 1 $см^3$ раствора; готовят путем отбора 10 $см^3$ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доведения объема раствора бидистиллированной водой до метки.
Раствор 3, содержащий 1 мкг свинца в 1 $см^3$ раствора; готовят путем отбора 10 $см^3$ раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доведения объема до метки бидистиллированной водой.

6.2. Подготовка к испытанию

6.2.1. *Подготовка лабораторной посуды*

Вымытую стеклянную посуду дополнительно промывают хромовой смесью, раствором азотной кислоты, ополаскивают дистиллированной, а затем бидистиллированной водой и высушивают.

6.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

1-й вариант. При массовой доле свинца в поваренной соли более 0,2 мг/кг в делительные воронки вместимостью 500 $см^3$ помещают по 12,00 г хлористого натрия, растворяют примерно в 400 $см^3$ бидистиллированной воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 12 $см^3$ раствора хлористого аммония, 10 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия, 6 $см^3$ гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/$дм^3$ и тщательно перемешивают. Приливают 5 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 $см^3$ четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 10 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в другую делительную воронку вместимостью 50 $см^3$. Водный слой промывают 2 $см^3$ четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют свинец 1,5 $см^3$ концентрированной соляной кислотой (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов свинца, $см^3$	
	Раствор 2	Раствор 3
1	—	2,5
2	—	5,0
3	1,5	—
4	2,5	—
5	3,5	—

2-й вариант. При массовой доле в поваренной соли свинца менее 0,2 мг/кг в стаканы помещают по 150 г хлористого натрия, растворяют примерно в 1 $дм^3$ бидистиллированной воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, по 5 $см^3$ раствора хлористого кальция. Нагревают до 60—80 °С, прекращают нагрев и добавляют 10 $см^3$ раствора двууглекислого натрия (двумя порциями по 5 $см^3$). Осадку дают осесть, сливают прозрачный раствор сифоном, оставшуюся часть раствора отделяют от осадка центрифугированием. Осадок растворяют в соляной кислоте (1:1), приливая ее по каплям до полного растворения осадка.

Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 $см^3$, разбавляют водой до объема примерно 30 $см^3$, приливают 4 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия, 2 $см^3$ раствора хлористого аммония, 3 $см^3$ раствора гидроокиси натрия. Содержимое встряхивают до полного растворения выпавшего осадка, приливают 1 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 4 $см^3$ бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают 10 мин. После разделения слоев водный слой отбрасывают, а органический сливают в сухой стаканчик для взвешивания.

6.2.3. *Приготовление контрольных растворов*

Контрольный раствор 1 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в растворы проб. Готовят, используя все реактивы, применяемые при приготовлении испытуемых растворов в последовательности, указанной в п. 6.2.4.

Контрольный раствор 2 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в растворы сравнения. Готовят, используя все реактивы (кроме стандартных растворов свинца), применяемые при приготовлении растворов сравнения в последовательности, указанной в п. 6.2.2.

6.2.4. *Приготовление испытуемых растворов*

При массовой доле в поваренной соли свинца более 0,2 мг/кг навеску поваренной соли массой 12,00 г растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 1 $см^3$ серной кислоты и вносят около 1 г надсернокислого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор фильтруют через промытый соляной кислотой (1:1) и дистиллированной водой фильтр в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем раствора бидистиллированной водой примерно до 400 $см^3$.

Приливают 12 $см^3$ раствора хлористого аммония, 10 $см^3$ раствора лимоннокислого натрия, 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 3 моль/$дм^3$ и тщательно перемешивают, приливают 5 $см^3$ диэтилдитиокарбамата натрия, 5 $см^3$ четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 10 мин.

После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в другую делительную воронку вместимостью 50 $см^3$. Водный слой промывают 2 $см^3$ четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют свинец 1,5 $см^3$ соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин; реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

При анализе вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 12,00 г помещают в делительную воронку, растворяют примерно в 400 $см^3$ бидистиллированной воды, приливают 12 $см^3$ раствора хлористого аммония и далее проводят испытания, как указано в п. 6.2.2 (1-й вариант).

При массовой доле свинца в поваренной соли менее 0,2 мг/кг (2-й вариант) навеску поваренной соли массой 150,00 г растворяют в примерно 600 $дм^3$ бидистиллированной воды, приливают 2 $см^3$ серной кислоты, вносят около 2 г надсернокислого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин. Разбавляют бидистиллированной водой до объема примерно 1 $дм^3$, приливают раствор гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 3 моль/$дм^3$ до pH 7—8 (контроль по универсальной индикаторной бумаге) и 5 $см^3$ раствора хлористого кальция (при массовой доле кальция в поваренной соли более 0,13 % введение хлористого кальция излишне). Нагревают до 60—80 °С, прекращают нагрев и добавляют 10 $см^3$ раствора двууглекислого натрия (двумя порциями по 5 $см^3$). Перемешивают раствор в течение 10 мин. Осадку дают осесть, сливают прозрачный раствор сифоном, оставшуюся часть раствора отделяют от осадка центрифугированием.

Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 50 $см^3$, разбавляют бидистиллированной водой до объема примерно 30 $см^3$, приливают 2 $см^3$ раствора хлористого аммония, 4 $см^3$ лимоннокислого натрия, 3 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = = 1 моль/$дм^3$, тщательно перемешивают.

Приливают 2 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 4 $см^3$ бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают 10 мин. После разделения слоев водный слой (нижний) отбрасывают, а органический сливают в сухой стаканчик для взвешивания.

При анализе вакуум-выварочной соли навеску массой 150,00 г помещают в стакан вместимостью 2 $дм^3$, растворяют примерно в 1 $дм^3$ бидистиллированной воды, приливают 5 $см^3$ раствора хлористого кальция (при массовой доле кальция в поваренной соли более 0,13 % прибавление хлорис-

того кальция излишне). Нагревают до 60—80 °С, прекращают нагрев и добавляют 10 $см^3$ раствора двууглекислого натрия (двумя порциями по 5 $см^3$). Далее испытания проводят, как указано в п. 6.2.2 (2-й вариант).

Допускается использование физических методов разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработка ультразвуком), обеспечивающих полноту разрушения около 98 %. В этом случае анализ ведется так же, как при определении свинца в вакуум-выварочной и чренной соли.

Допускается использовать вместо бутилового эфира уксусной кислоты метилизобутилкетон.

6.3. Проведение испытания

Включают атомно-абсорбционный спектрофотометр, прогревают и настраивают его на резонансную линию 283,3 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Фотометрируя воду, устанавливают нуль абсорбции (для 2-го варианта — фотометрируют бутиловый эфир уксусной кислоты). Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации свинца, затем — контрольные и испытуемые растворы.

Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промывать небольшим количеством воды (для 2-го варианта — этиловым спиртом).

6.4. Обработка результатов

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

Содержание свинца в испытуемом растворе поваренной соли в микрограммах (мкг) находят по градуировочному графику.

Массовую долю свинца (X_1) в $млн^{-1}$ (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m},$$

где m_1 — масса свинца в исследуемой пробе, определенная по градуировочному графику, мкг;

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

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов (X_1') двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ 30 % по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

Минимальная концентрация свинца, определяемая данным методом, по первому варианту составляет 2,5 мкг в исследуемом объеме пробы массой 12,0 г [0,21 $млн^{-1}$ (мк/кг)] и по второму варианту — 3,0 мкг в исследуемом объеме пробы массой 150,0 г [0,02 $млн^{-1}$ (мк /кг)].

Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60 % 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 № 1774 от 25.06.86**

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

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 450—77	6.1	ГОСТ 11125—84	2, 6.1
ГОСТ 949—73	2	ГОСТ 13861—89	2
ГОСТ 1770—74	2, 6.1	ГОСТ 14261—77	2, 6.1
ГОСТ 2156—76	6.1	ГОСТ 14919—83	2, 6.1
ГОСТ 2405—88	2	ГОСТ 17435—72	2
ГОСТ 3118—77	2, 6.1	ГОСТ 18300—87	6.1
ГОСТ 3652—69	2	ГОСТ 18481—81	2
ГОСТ 3760—79	2, 3.4	ГОСТ 20288—74	6.1
ГОСТ 3773—72	2, 6.1	ГОСТ 20478—75	2, 6.1
ГОСТ 4204—77	2, 6.1	ГОСТ 22280—76	2, 6.1
ГОСТ 4209—77	2	ГОСТ 22300—76	6.1
ГОСТ 4236—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—82	2, 6.1
ГОСТ 4919.1—77	2	ГОСТ 26929—94	3.1
ГОСТ 5457—75	6.1	ТУ 6—09—01—755—88	2
ГОСТ 6709—72	2, 6.1	ТУ 6—09—01—768—89	2
ГОСТ 8864—71	6.1	ТУ 6—09—07—1684—89	2
ГОСТ 9147—80	2	ТУ 6—09—14—32—76	6.1
ГОСТ 9293—74	2	ТУ 6—09—50—77—87	2

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

6. **ИЗДАНИЕ (март 2010 г.) с Изменением №1, утвержденным в мае 1990 г. (ИУС 8—90)**

gost.e-ecolog.ru