ГОСТ 26931—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

УДК 664:546.56.06:006.354 Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения меди

ГОСТ 26931—86

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

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 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 полярографический и колориметрические методы определения меди.

Колориметрический метод с дибензилдитиокарбаматом цинка распространяется только на винодельческую продукцию и пиво.

1. МЕТОД ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

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

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

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

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

2.2. 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.

* 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

Колбы с тубусом 1—250 или 1—500 по ГОСТ 25336.

Воронки Бюхнера 1 или 2 по ГОСТ 9147.

Колбы конические Кн-2—150—18 и Кн-2—250—18, Кн-2—10—18 и Кн-2—25—18 по ГОСТ 25336.

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

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

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

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

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

Универсальная индикаторная бумага.

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

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, х.ч.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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 по ГОСТ 3760, ч.д.а., плотностью 0,91 $г/см^3$.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х.ч.

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

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

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х.ч., плотностью 1,72 $г/см^3$, разбавленная водой (1:3).

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

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

Кислота хлорная, х. ч., плотностью 1,25 $г/см^3$, раствор с массовой долей 57 % или кислота хлорная, ч.д.а., плотностью 1,32 $г/см^3$, раствор с массовой долей 42 %; раствор, разбавленный водой при использовании кислоты, квалификации х.ч. (10:9) или ч.д.а. (10:4).

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

Медь сернокислая пятиводная по ГОСТ 4165, х.ч.

Ртуть по ГОСТ 4658, Р0 или Р1.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Очистка инертного газа от кислорода*

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

2.3.2. *Приготовление фоновых электролитов*

2.3.2.1. Фоновый электролит А — смешанный раствор ортофосфорной кислоты концентрации c ($^1/_3$ H_2PO_4) = 1,3 $моль/дм^3$ и хлорной кислоты концентрации c ($HClO_4$) = 0,7 $моль/дм^3$; смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоты и воду в соотношении 3:2:5.

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

2.3.2.2. 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 водой до метки.

Используют при анализе виноматериалов, хлеба и хлебобулочных продуктов.

2.3.2.3. 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 водой.

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

2.3.2.4. Фоновый электролит Г — раствор хлористого аммония концентрации c (NH_4Cl) = = 1 моль/дм^3 и аммиака концентрации c (NH_3) = 1 моль/дм^3: 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, 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 (около 75 см^3). Объем в колбе доводят водой до метки.

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

2.3.2.1—2.3.2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.2.5. Фоновый электролит Д — раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм^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 в течение 30 мин, охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют дистиллированной водой до метки.

2.3.2.6. 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 бидистиллированной воде и доводят до метки. Используют при анализе вакуум-выварочной и чренной соли.

2.3.2.5, 2.3.2.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.3.3. *Приготовление основного раствора меди*

Сернокислую медь дважды перекристаллизовывают и высушивают в эксикаторе до постоянной массы.

3,929 г сернокислой меди растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 1 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 и доводят объем водой до метки.

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

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

2.3.4. *Минерализация*

Минерализацию проб проводят сухим способом по ГОСТ 26929.

При анализе поваренной соли минерализацию пробы не проводят.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.5. *Приготовление контрольного раствора*

Проверяют каждую новую партию реактивов.

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

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

2.3.6. *Приготовление испытуемого раствора*

2.3.6.1. При использовании фонового электролита А золу, приготовленную по п. 2.3.4, 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 ортофосфорной кислоты, 3 см^3 воды, тщательно перемешивают и дают отстояться осадку. Раствор фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Тигель и фильтр смывают водой, доводя объем до 10 см^3.

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

2.3.6.2. При использовании фонового электролита Б золу, приготовленную по п. 2.3.4, 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.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 2 до 8 мкг/см^3. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 2.3.6.1.

2.3.6.3. При использовании фонового электролита В золу, приготовленную по п. 2.3.4, растворяют 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 меди в испытуемом растворе должна быть от 2 до 8 мкг/см^3. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 2.3.6.1.

2.3.6.4. При использовании фонового электролита Г при анализе всех продуктов, кроме молока и молочных продуктов, золу, приготовленную по п. 2.3.4, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см^3 разбавленной соляной кислоты. Раствор нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, смывая тигель несколько раз водой. К раствору в колбе добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 0,43 г аммиака. Необходимый объем этого раствора рассчитывают по его плотности, измеренной ареометром. Объем раствора в колбе доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 0,1 до 4 мкг/см^3. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 2.3.6.1.

2.3.6.5. При использовании фонового электролита Г при анализе молока и молочных продуктов золу, приготовленную по п. 2.3.4, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см^3 разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема 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 увеличить до 5 см^3. Объем раствора в колбе доводят до метки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 0,1 до 4 мкг/см^3. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в п. 2.3.6.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.6.6. 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 меди в растворе должна быть 0,1—4,0 мкг/см^3. В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом Д.

При анализе вакуум-выварочной соли обработку раствора соли кипячением с серной кислотой и надсернокислым аммонием не проводят, а разбавление проводят фоновым электролитом Е.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4. Проведение испытания

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

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,1 до минус 0,5 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

При анализе поваренной соли используют электролизер вместимостью 25 см^3, полярограмму записывают при напряжении от минус 0,1 до минус 0,4 В.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.1. *Полярографирование при использовании фоновых электролитов А, Б и В*

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см^3 помещают по 4 см^3 контрольного или испытуемого раствора по пп. 2.4.2.1—2.4.2.3. В первую колбу добавляют 1 см^3 соответствующего фонового электролита или 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 водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика меди.

Во вторую колбу вносят добавку — стандартный раствор меди в таком количестве, чтобы высота пика меди на полярограмме 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 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 меди.

2.4.2. *Полярографирование при использовании фонового электролита Г*

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 $см^3$ помещают по 8 $см^3$ контрольного или испытуемого раствора по пп. 2.3.6.4 или 2.3.6.5 и 1 $см^3$ раствора сульфита натрия. В первую колбу добавляют 1 $см^3$ воды.

Раствор переносят в электролизер, предварительно промытый как в п. 2.4.1, полярографируют и измеряют высоту пика меди.

Во вторую колбу вносят добавку так же, как в п. 2.4.1. Далее поступают как с раствором без добавки. При работе по пп. 2.3.6.1—2.3.6.5 и п. 2.4 необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками.

2.4.3. *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 меди.

Далее в электролизер вносят добавку — стандартный раствор меди в таком объеме, чтобы высота пика меди 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 меди.

Аналогично проводят полярографирование контрольного раствора.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю меди (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 меди, добавляемая перед вторым полярографированием, мкг;

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

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

H_1 — высота пика меди, полученная при первом полярографировании, мм;

H_2 — высота пика меди, полученная при втором полярографировании, мм;

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 массовой доле меди в испытуемом растворе.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на минерализации пробы и последующем измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия желтого цвета.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Баня водяная.

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.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и светофильтром с $\lambda_{max} = (440 \pm 5)$ нм или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра по нормативно-технической документации.

Часы песочные на 1 мин.

Штатив химический.

Воронки В-25—38 ХС, В-36—50 ХС, В-100—150 ХС, ВД-1—250 ХС или ВД-3—250 ХС, ВД-1—1000 ХС или ВД-3—1000 ХС по ГОСТ 25336.

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

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

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

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

Цилиндры 1— 250 или 3—250, 1—500 или 3—500 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., разбавленный водой (2:3).

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ТУ 6—09—01—755, ч.д.а.

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

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, ч.д.а., раствор концентрации 10 $г/дм^3$. Хранят в посуде из темного стекла не более 7 сут.

Медь сернокислая пятиводная по ГОСТ 4165, х.ч., дважды перекристаллизованная и высушенная в эксикаторе до постоянной массы.

Хлороформ или углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Трилон Б по ГОСТ 10652, ч.д.а.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—53—60, раствор в этиловом спирте концентрации 10 $г/дм^3$.

Фильтры обеззоленные диаметром 7 см, «синяя лента».

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Подготовка к испытанию

3.3.1. *Приготовление основного раствора меди с концентрацией меди 1 мг/$см^3$*

Раствор готовят по п. 2.3.3.

3.3.2. *Приготовление смешанного раствора трилона Б и лимоннокислого аммония*

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 100 г лимоннокислого аммония и 25 г трилона Б, взвешенных с погрешностью не более ± 0,1 г, растворяют и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 50 $см^3$ растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронку интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Нижний слой сливают и отбрасывают. В делительную воронку вносят 50 $см^3$ растворителя, встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают и отбрасывают. Последнюю операцию повторяют до получения бесцветного нижнего слоя. Раствор хранят не более 2 мес.

3.3.3. *Минерализация*

3.3.3.1. Минерализацию проводят по ГОСТ 26929.

3.3.3.2. Аналогично готовят контрольную пробу, используя применяемые для минерализации реактивы, прибавляя их в тех же объемах и последовательности, что и при минерализации пробы.

3.3.4. *Подготовка испытуемых растворов*

Золу, приготовленную сухой минерализацией по п. 3.3.3, растворяют в 5 $см^3$ раствора соляной кислоты, нагревая на кипящей водяной бане.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, большем 40 мкг, раствор золы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем раствора до метки с помощью дистиллированной воды.

При ожидаемом содержании меди в растворе золы, меньшем 40 мкг, раствор золы используют для последующего испытания целиком без дополнительного разведения.

Раствор, полученный в результате мокрой минерализации или кислотной экстракции, используют для проведения испытания без дополнительной обработки.

3.3.5. *Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика*

3.3.5.1. 1 см^3 основного раствора меди, приготовленного по п. 2.3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят перед использованием.

3.3.5.2. В делительные воронки вместимостью 250 см^3 каждая помещают 0,5; 1; 2; 3 и 4 см^3 раствора, приготовленного по п. 3.3.5.1, т. е. соответственно 5, 10, 20, 30 и 40 мкг меди.

3.3.5.3. В каждую делительную воронку помещают 10 см^3 смешанного раствора лимоннокислого аммония и трилона Б, две капли раствора фенолфталеина, раствор перемешивают, нейтрализуют, добавляя по каплям раствор аммиака до появления окраски, охлаждают и добавляют дистиллированную воду до объема около 100 см^3. Затем в делительные воронки вводят 2 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 15 см^3 растворителя (хлороформа или четыреххлористого углерода). Воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см^3. В делительные воронки помещают 10 см^3 растворителя, встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев нижний слой сливают в ту же мерную колбу. В случае необходимости объем раствора в колбе доводят до метки с помощью растворителя и перемешивают.

3.3.5.4. Контрольный раствор готовят аналогично без введения раствора меди.

3.3.5.5. Содержимое колб с растворами сравнения и контрольным раствором фильтруют через сухой бумажный фильтр в кюветы. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору на фотоэлектрическом колориметре с применением светофильтра с $\lambda_{max} = (440 \pm 5)$ нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм или на спектрофотометре при длине волны 440 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 10 мм.

Примечание. Для жировых продуктов используют кюветы с расстоянием между рабочими гранями 50 и 20 мм при измерении на колориметре и спектрофотометре соответственно.

3.3.5.6. Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массы меди в мкг, введенные в растворы сравнения, на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Примечание. При подготовке растворов по пп. 3.3.5.1—3.3.5.3 необходимые объемы жидкостей отбирают только пипетками. Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика повторяют при смене партии диэтилдитиокарбамата натрия, лимоннокислого аммония или трилона Б.

3.4. Проведение испытаний

3.4.1. Для испытания растворов по п. 3.3.4 с ожидаемым содержанием в них меди, большим 40 мкг, в делительную воронку вместимостью 250 см^3 помещают аликвотный объем испытуемого раствора, содержащий от 10 до 40 мкг меди.

Для испытания растворов по п. 3.3.4 с ожидаемым содержанием в них меди, меньшим 40 мкг, содержимое колбы Кьельдаля или чашки с раствором золы количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3 с помощью дистиллированной воды.

Далее согласно п. 3.3.5.3.

3.4.2. Контрольный раствор готовят аналогично из контрольной пробы по п. 3.3.3.2.

3.4.3. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, как указано в п. 3.3.5.5.

3.4.4. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу меди.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю меди (X_1) в млн$^{-1}$ (мг/кг) или массовую концентрацию (X_2) в мг/дм^3 при испытании растворов по п. 3.3.4 с использованием аликвотного объема вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 50}{V_1 \cdot m}; \quad X_2 = \frac{m_1 \cdot 50}{V_1 \cdot V},$$

где m_1 — масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

50 — общий объем минерализата, см^3;

V_1 — аликвотный объем минерализата, см^3;

m — масса навески продукта, взятой для минерализации, г;

V — объем продукта, взятый для минерализации, см^3.

Массовую долю меди (X_3) в млн$^{-1}$ (мг/кг) или массовую концентрацию (X_4) в мг/дм^3 при испытании с использованием всей минерализованной пробы вычисляют по формулам:

$$X_3 = \frac{m_1}{m};\quad X_4 = \frac{m_1}{V},$$

где m_1 — масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески продукта, взятой для минерализации, г;

V — объем продукта, взятый для минерализации, см^3.

4. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ДИБЕНЗИЛДИТИОКАРБАМАТОМ ЦИНКА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения меди с дибензилдитиокарбаматом цинка желтого цвета.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Колориметр фотоэлектрический со светофильтром с $\lambda_{max} = (440 \pm 5)$ нм по нормативно-технической документации.

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

Баня водяная.

Колбы 1—100—2 или 2—100—2, 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

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

Цилиндры 1—50 или 3—50 по ГОСТ 1770.

Воронки ВД-1—100 ХС или ВД-3—100 ХС, ВД-1—250 ХС или ВД-3—250 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки П-4 по ГОСТ 25336.

Пробирки центрифужные с притертыми пробками вместимостью 100 см^3, диаметром 44 мм.

Часы песочные на 2 мин или секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003.

Центрифуга лабораторная.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., и растворы концентраций 100 г/дм^3 и c ($^1/_2$ H_2SO_4) = = 0,001 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый по ГОСТ 5962* или по ГОСТ 18300.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Дибензилдитиокарбамат цинка, раствор в четыреххлористом углероде 0,5 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Спирт гексиловый (гексанол 1).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. *Приготовление основного раствора меди с концентрацией 1 мг/см^3*

Раствор готовят по п. 2.3.3.

4.3.2. *Подготовка напитков*

Винодельческую продукцию фильтруют и далее проводят анализ без минерализации. При испытании бутылку с пивом охлаждают в холодильнике до (3 ± 2) °С, энергично взбалтывают и после прекращения выделения пузырьков газа открывают бутылку.

4.3.3. *Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика*

4.3.3.1. 10 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и объем доводят до метки раствором серной кислоты 0,001 моль/дм^3.

4.3.3.2. 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см^3 раствора, полученного по п. 4.3.3.1, что соответствует 5, 10, 15, 20, 25, 30 и 35 мкг меди, переносят в делительные воронки вместимостью 100 см^3, в каждую воронку вносят 5 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3, 10 см^3 раствора дибензилдитиокарбамата цинка, взбалтывают 2 мин и оставляют стоять до разделения слоев. Затем фильтруют нижний слой через сухую воронку, в которую вложен небольшой сухой ватный тампон, в сухую пробирку. Оптическую плотность полученных растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору с применением светофильтра с $\lambda_{max} = (440 \pm 5)$ нм в кювете с расстоянием

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

между рабочими гранями 10 мм. Контрольный раствор готовят точно так, как растворы сравнения, но только вместо растворов сернокислой меди берут такой же объем раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,001 моль/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3.3. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массы меди в мкг, введенные в растворы сравнения, по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

4.4. Проведение испытания

4.4.1. При испытании винодельческой продукции в делительную воронку вместимостью 250 см^3 отмеривают 5 см^3 предварительно отфильтрованного напитка, при массовой концентрации меди более 6 мг/дм^3—2,5 см^3, вносят 40—50 см^3 воды, 5 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3, 10 см^3 раствора дибензилдитиокарбамата цинка. Взбалтывают 2 мин, добавляют 5 см^3 этилового спирта (для красных вин 10 см^3) и оставляют для расслаивания. Затем фильтруют нижний слой через сухую воронку с небольшим ватным тампоном в сухую пробирку.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, который готовят из 50 см^3 воды и тех же растворов, которые применялись для приготовления испытуемого раствора.

По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу меди.

Примечание. Оставшаяся после расслаивания в делительной воронке в нижнем слое незначительная эмульсия не будет мешать определению. Частички водной фазы в слое четыреххлористого углерода при фильтрации останутся на ватном тампоне.

4.4.2. При испытании пива в центрифужную пробирку с притертой пробкой вносят 5 см^3 пива, подготовленного по п. 4.3.2, 5 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3, 0,5 см^3 перекиси водорода и одну каплю гексанола.

Пробирку выдерживают 30 мин в кипящей водяной бане, охлаждают в проточной воде 5 мин, добавляют около 50 см^3 воды, 5 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3 и 10 см^3 раствора дибензилдитиокарбамата цинка. Пробирку встряхивают 4 раза по 1 мин, периодически приоткрывая пробку, и оставляют для разделения слоев. Затем центрифугируют 2 мин при 2500 мин$^{-1}$, отбирают пипеткой нижний слой, который переносят через воронку с бумажным фильтром в пробирку. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору, как указано в п. 4.3.3.2, и находят массу меди по градуировочному графику.

Контрольный раствор готовят из 50 см^3 воды и всех реактивов, которые применялись для приготовления испытуемого раствора.

4.4.1, 4.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.5. Массовую концентрацию меди (X) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{V},$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем напитка, взятый для определения, см^3.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Вычисление производят до второго десятичного знака.

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

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

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

5.4. Минимальная масса меди, определяемая колориметрическими методами, составляет 5 мкг в колориметрируемом объеме.

Минимальная концентрация меди, определяемая полярографическим методом, составляет 0,1 мкг/см^3 полярографируемого раствора, приготовленного на фоновом электролите Г, 0,2 мкг/см^3 — на фоновом электролите А и 2,0 мкг/см^3 — на фоновых электролитах Б и В.

При анализе поваренной соли минимальная концентрация меди составляет 0,4 мкг/см^3 полярографируемого раствора, приготовленного на фоновых электролитах Д и Е.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

5.7. Полярографический метод, изложенный в п. 2, и колориметрические методы, изложенные в пп. 3 и 4, не имеют между собой систематических различий.

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ В ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Метод основан на предварительном концентрировании меди и последующем ее 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$^{-1}$.

Воронки делительные ВД-1—50 ХС, ВД-1—200 ХС, ВД 1—500 ХС или ВД 3—50 ХС, ВД 3—200 ХС, ВД 3—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-241 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—2000 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Бутиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300, х. ч., или метилизобутилкетон по ТУ 6—09—14—32.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 (1:1).

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

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, х.ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., растворы концентраций c (NaOH) = 1 и 3 моль/дм^3.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280, раствор с массовой долей 50 %.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х.ч.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, х.ч., раствор с массовой долей вещества 1 %. Хранят в посуде из темного стекла.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Стандартные растворы меди.

Раствор 1, содержащий 1 мг меди в 1 см^3 раствора; готовят следующим образом: растворяют 3,929 г сернокислой меди в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, добавляют 1 см^3 серной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор 2, содержащий 10 мкг меди в 1 см^3 раствора; готовят путем отбора 10 см^3 раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доведения объема раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор 3, содержащий 1 мкг меди в 1 см^3 раствора; готовят путем отбора 10 см^3 раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доведения объема раствора до метки дистиллированной водой.

6.2. Подготовка к испытанию

6.2.1. *Подготовка лабораторной посуды*

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

6.2.2. *Приготовление растворов сравнения*

При массовой доле меди в поваренной соли более 0,1 мг/кг (1-й вариант) в делительные воронки вместимостью 250 см^3 помещают по 9,50 г хлористого натрия, растворяют примерно в 100 см^3 воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия, 3 см^3 раствора хлористого аммония, 3 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации

c (NaOH) = 1 моль/дм^3 и тщательно перемешивают. Приливают 2 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 бутилового эфира уксусной кислоты и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения фаз органический слой отделяют.

При массовой доле меди в поваренной соли менее 0,1 мг/кг (2-й вариант) в делительные воронки вместимостью 500 см^3 помещают по 12,00 г хлористого натрия, растворяют примерно в 400 см^3 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 раствора 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 5 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 медь 1,5 см^3 соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, реэкстракты объединяют.

Раствор сравнения	Объем приливаемых растворов меди, см^3			
	Раствор 2		Раствор 3	
	1-й вариант	2-й вариант	1-й вариант	2-й вариант
1	—	—	1	0,5
2	—	—	4	3,5
3	1,3	0,6	—	—
4	1,6	0,8	—	—
5	—	1,0	—	—

6.2.3. *Приготовление контрольных растворов*

Контрольный раствор 1 служит для учета загрязнений, вносимых с реактивами в раствор пробы. Готовят растворы, 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 раствор сравнения. Готовят, используя все реактивы (кроме стандартных растворов меди), применяемые при приготовлении растворов сравнения в последовательности, указанной в п. 6.2.2.

6.2.4. *Приготовление испытуемых растворов*

При массовой доле меди в поваренной соли более 0,1 мг/кг (1-й вариант) навеску поваренной соли массой 9,50 г растворяют в 200 см^3 воды, приливают 1,0 см^3 серной кислоты, вносят около 1 г надсернокислого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3 и разбавляют объем полученного раствора примерно до 100 см^3 дистиллированной водой. Приливают 5 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 3 моль/дм^3, 6 см^3 раствора хлористого аммония, 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия и тщательно перемешивают. Приливают 2 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см^3 бутилового эфира уксусной кислоты. Встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения фаз органический слой отделяют.

При анализе вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 2,50 г помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, растворяют примерно в 100 см^3 воды, приливают 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия и далее анализ проводят так же, как указано в п. 6.2.2 (1-й вариант).

При массовой доле меди в поваренной соли менее 0,1 мг/кг (2-й вариант) навеску поваренной соли массой 12,00 г растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды, приливают 1 см^3 серной кислоты, 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, доводят объем раствора дистиллированной водой примерно до 400 см^3.

Приливают 12 см^3 раствора хлористого аммония, 10 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 3 моль/дм^3, 10 см^3 раствора лимоннокислого натрия и тщательно перемешивают. Приливают 5 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см^3. Водный слой промывают 2 см^3 четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют медь 1,5 см^3 соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

При анализе чренной и вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 12,00 г помещают в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, растворяют примерно в 400 $см^3$ воды, приливают 12 $см^3$ раствора хлористого аммония и далее анализ проводят так же, как указано в п. 6.2.2 (2-й вариант).

Допускается использование физических методов разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработка ультразвуком), обеспечивающих полноту разрушения примерно 98 %; в этом случае анализ ведется так же, как при определении массовой доли меди в вакуум-выварочной и чренной соли по соответствующему варианту.

6.3. Проведение испытания

Атомно-абсорбционный спектрофотометр настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации на резонансную линию 324,7 нм.

Фотометрируя воду, устанавливают нуль абсорбции (для 1-го варианта — фотометрируют бутиловый эфир уксусной кислоты). Далее фотометрируют растворы сравнения, распыляя их последовательно в пламени горелки в порядке возрастания концентрации меди, затем контрольные и испытуемые растворы.

Между измерениями горелку спектрофотометра необходимо промыть небольшим объемом воды (для 1-го варианта — этиловым спиртом).

Допускается использовать вместо бутилового эфира уксусной кислоты метилизобутилкетон.

6.4. Обработка результатов

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

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

Массовую долю меди (X_5) в $млн^{-1}$ (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1}{m},$$

где m_1 — массовая доля меди в исследуемой пробе, определенная по градуировочному графику, мкг;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение (X_5') результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ 20 % по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат испытания округляют до второго десятичного знака. Минимальная концентрация меди, определяемая данным методом, составляет по 1-му варианту 0,95 мкг в исследуемом объеме пробы массой 9,5 г [0,1 $млн^{-1}$ (мг/кг)] и по 2-му варианту — 4,8 мкг в исследуемом объеме пробы массой 12 г [0,04 $млн^{-1}$ (мг/кг)].

Допускаемые расхождения между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должны 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 № 1733**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14353—74 и ГОСТ 5370—58 в части метода определения меди**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 195—77	2.2	ГОСТ 13861—89	2.2
ГОСТ 949—73	2.2	ГОСТ 14261—77	2.2, 6.1
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2, 4.2, 6.1	ГОСТ 14919—83	2.2, 6.1
ГОСТ 2405—88	2.2	ГОСТ 17435—72	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 6.1	ГОСТ 18300—87	3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 18481—81	2.2
ГОСТ 3773—72	2.2, 6.1	ГОСТ 20288—74	3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 4165—78	2.2, 3.2, 6.1	ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 4.2, 6.1	ГОСТ 21400—75	3.2
ГОСТ 4328—77	6.1	ГОСТ 22280—76	6.1
ГОСТ 4461—77	2.2	ГОСТ 22300—76	6.1
ГОСТ 4658—73	2.2	ГОСТ 24104—88	2.2, 3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 5962—67	4.2	ГОСТ 24363—80	2.2
ГОСТ 6552—80	2.2	ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2, 4.2, 6.1
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2, 4.2, 6.1	ГОСТ 26929—94	2.3.4, 3.3.3.1
ГОСТ 8864—71	3.2, 6.1	ТУ 6—09—01—755—88	2.2, 3.2
ГОСТ 9147—80	2.2	ТУ 6—09—14—32—76	6.1
ГОСТ 9293—74	2.2	ТУ 6—09—50—77—87	2.2
ГОСТ 10652—73	3.2	ТУ 6—09—53—60—87	3.2
ГОСТ 10929—76	4.2	ТУ 25—1819.0021—90	4.2
ГОСТ 11125—84	2.2, 6.1	ТУ 25—1894.003—90	4.2

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)**