

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения ртути

ГОСТ
26927—86Raw material and food-stuffs.
Methods for determination of mercury

ОКСТУ 9109

	Дата введения
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 сырье и пищевые продукты и устанавливает колориметрический и атомно-абсорбционный методы определения ртути.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор и подготовку проб к испытанию проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на продукт или пищевое сырье.

2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на деструкции анализируемой пробы смесью азотной и серной кислот, осаждении ртути йодидом меди и последующем колориметрическом определении в виде тетрагидромеркуроата меди — путем сравнения со стандартной шкалой.

2.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Аппарат для встряхивания колб.

Баня водяная.

Бюретка вместимостью 59 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,001 г.

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104, с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,1 г.

Воронки В-25—38 ХС, В-100—150 ХС; В-35—50 ХС; В-250—345 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка делительная ВД-3—10 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы КГУ-2—1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1—750—34/35 ТС; Кн-1—500—34/35 ТС; Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1—100—2 или 2—100—2; 1—500—2 или 2—500—2; 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5 и 10 см³.

Пробирки мерные П-2—10; П-2—25; П-2—20; П-2—15 по ГОСТ 1770. Мерные пробирки для колориметрирования должны быть из бесцветного стекла.

Сосуд стеклянный цилиндрический вместимостью 5 дм³ (для приготовления взвеси йодида меди).

Стаканы В-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

- Холодильник ХШ-1—300, 400, 500—29/32 ХС по ГОСТ 25336.
 Штатив химический.
 Цилиндры мерные 1—25 или 2—25; 1—50 или 2—50; 1—100 или 2—100; 1—250 или 2—250; 1—500 или 2—500; 1—1000 или 2—1000 по ГОСТ 1770.
 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.
 Бумага индикаторная универсальная рН 1—10.
 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
 Фильтры обеззоленные диаметром 5 и 9 см («синяя лента»)
 Ацетон по ГОСТ 2603, х.ч.
 Барий хлористый по ГОСТ 4108, х.ч., раствор концентрации 200 г/дм³.
 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
 Йод кристаллический по ГОСТ 4159, ч.д.а., растворы концентрации 2,5 и 3,5 г/дм³ в растворе йодистого калия концентрации 30 г/дм³.
 Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., раствор концентрации 30 г/дм³.
 Калий надсернокислый по ГОСТ 4146, ч.д.а., раствор концентрации 10 г/дм³.
 Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос.ч. Допускается применять марки х.ч., если массовая доля ртути в ней не более 0,004 млн⁻¹.
 Кислота серная по ГОСТ 4204, ос.ч. Допускается применять марки х.ч., если массовая доля ртути в ней не превышает 0,004 млн⁻¹.
 Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х.ч., растворы концентрации 100 и 200 г/дм³.
 Мочевина по ГОСТ 6691, х.ч., раствор концентрации 200 г/дм³.
 Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х.ч., растворы концентрации 10 г/дм³ и насыщенный.
 Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195, ч.д.а., раствор концентрации 1,25 моль/дм³ (2,5 н.).
 Спирт этиловый по ГОСТ 18300.
 Ртуть двуххлористая или стандарт-титр.
 Ртуть двуйодистая или стандарт-титр.
 Допускается применять импортное оборудование, лабораторное химическое стекло и реактивы по качеству не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытаниям

2.3.1. Приготовление йодида меди (взвеси)

Для получения 1 дм³ взвеси 212 г йодистого калия растворяют в 2 дм³ воды, смешивают с 800 см³ раствора сульфата меди концентрации 200 г/дм³ в стеклянной банке вместимостью не менее 5 дм³ и оставляют до полного осаждения осадка (от 30 до 50 мин). С образовавшегося осадка декантируют жидкость. Осадок многократно промывают водой (по 2—3 дм³) до светло-желтого цвета надосадочной жидкости. Для удаления розового оттенка осадок отбеливают. Для этого в сосуд со взвесью добавляют сначала от 10 до 20 см³ раствора сернистокислового натрия концентрации 1,25 моль/дм³, а затем — насыщенный раствор сернокислового натрия от 10 до 20 см³ для коагуляции осадка. Если взвесь отбелена недостаточно и плохо осаждается, добавление растворов следует повторить. Надосадочную жидкость сливают декантацией, а осадок переносят на двойной фильтр, сделанный из лабораторной фильтровальной бумаги и плотно уложенный в воронку диаметром 250 мм, и промывают на фильтре водой до почти отрицательной реакции на сульфат-ион (проба фильтрата с раствором хлористого бария не должна давать осадка). Фильтр прокалывают стеклянной палочкой, осадок смывают водой в мерную колбу и доводят объем до 1 дм³.

Взвесь считается правильно приготовленной, если она белого цвета и оседает в течение 15—20 мин. Хранят взвесь в темной склянке не более 1 мес.

2.3.2. Приготовление основного раствора ртути

0,135 г двуххлористой ртути (или 0,226 г двуйодистой ртути) количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки при постоянном перемешивании раствором йода концентрации 2,5 г/дм³.

Аналогично готовят основной раствор ртути из стандарт-титра. Вскрывают стандарт-титр, содержащий 0,135 г двуххлористой (или 0,226 г двуйодистой) ртути, и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки раствором йода концентрации 2,5 г/дм³. Полученный раствор содержит 100 мкг ртути в 1 см³. Хранится в склянке с притертой пробкой в защищенном от света месте в течение 3 мес.

2.3.3. Приготовление стандартного раствора ртути

Непосредственно перед определением ртути 1 см^3 основного раствора ртути помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки при постоянном перемешивании раствором йода концентрации $2,5 \text{ г/дм}^3$. Полученный раствор содержит 1 мкг ртути в 1 см^3 .

2.3.4. Приготовление составного раствора сернистой меди и сернистоокислого натрия

Раствор готовят смешением раствора сернистой меди концентрации 100 г/дм^3 и раствора сернистоокислого натрия концентрации $1,25 \text{ моль/дм}^3$ (1:5). Смесь перемешивают в конической колбе вместимостью 100 см^3 до получения прозрачного раствора и используют немедленно. При появлении мути раствором пользоваться нельзя.

2.3.2 — 2.3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.5. Подготовка пробы к деструкции

$200 - 250 \text{ г}$ исследуемого продукта тщательно измельчают (зерновые размалывают) и перемешивают. Пиво перед деструкцией освобождают от двуокси углерода, для чего $250 - 300 \text{ см}^3$ пива наливают в коническую колбу вместимостью 1000 см^3 , доводят до температуры $(20 \pm 1)^\circ \text{C}$ на водяной бане, закрывают пробкой с одним отверстием, через которое пропущена трубка для выхода газа, закрепляют в аппарате для встряхивания и встряхивают в течение $20 - 30 \text{ мин}$.

Величина навески пробы для испытания зависит от вида продукта (см. табл. 1).

Параллельно ставят контроль на реактивы, учитывая его при расчете конечного результата.

2.3.6. Деструкция "закрытым" способом (для анализа творога и творожных изделий, сливочного масла, сычужных и плавленых сыров, маргарина, растительных масел, жировых продуктов)

Деструкцию "закрытым" способом проводят в специальном аппарате, который состоит из двугорлой круглодонной колбы, холодильника и капельной воронки, соединенных посредством шлифов (см. чертеж).

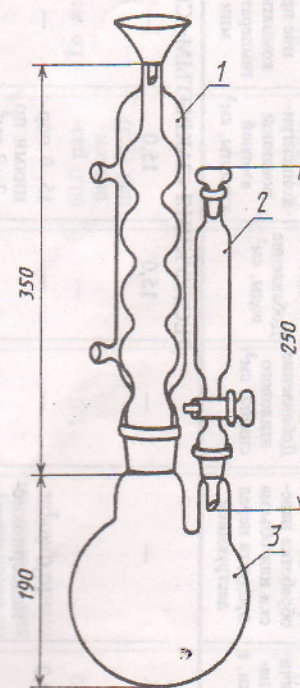
В реакционную колбу аппарата для деструкции помещают исследуемую пробу, добавляют реактивы, количество которых указано в табл. 1, и соединяют с обратным холодильником. Колбу выдерживают $15 - 20 \text{ мин}$ при комнатной температуре, а затем помещают на водяную баню температурой около 70°C , постепенно доводя ее до кипения. Время нахождения колбы на бане зависит от вида продукта. В случае бурного течения реакции (заполнение реакционной колбы и холодильника бурными парами окислов азота) через боковую капельную воронку или холодильник в колбу добавляют порциями по $5 - 10 \text{ см}^3$ кипящей воды так, чтобы общее количество приливаемой воды не превышало $30 - 50 \text{ см}^3$. Деструкцию проводят до полного просветления придонного слоя. По окончании деструкции аппарат снимают с бани и охлаждают в течение 15 мин , а затем промывают 50 см^3 горячей воды через холодильник. Колбу отсоединяют от холодильника. Содержимое фильтруют в коническую колбу объемом 500 см^3 с 20 см^3 раствора мочевины через увлажненный водой двойной бумажный фильтр, уложенный в воронку диаметром $100 - 150 \text{ мм}$. Реакционную колбу и фильтр несколько раз промывают кипящей водой. Общий объем фильтрата и промывных вод должен составлять около 30 см^3 .

2.3.7. Деструкция "открытым" способом (для всех видов продуктов)

Деструкцию "открытым" способом проводят в термостойкой конической колбе вместимостью 750 см^3 . Пробу равномерно распределяют по дну колбы, добавляют реактивы, количество которых указано в табл. 1.

В колбу с пробой вносят последовательно этиловый спирт, воду и азотную кислоту. Колбу закрывают воронкой диаметром 25 мм , содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в зависимости от вида продукта от 20 до 30 мин или оставляют на ночь (зерно, кондитерские изделия). Серную кислоту наливают в стакан вместимостью 50 см^3 и осторожно по каплям добавляют в колбу с пробой через воронку. Скорость внесения серной кислоты должна постоянно поддерживать реакцию разложения азотной кислоты, но чтобы не происходило выделение окислов азота из колбы, так как при бурном

Аппарат для деструкции



1 — холодильник ХШ-1—300, 400, 500—29/32 ХС; 2 — капельная воронка ВД-3-10 ХС; 3 — реакционная колба КГУ-2-1-500-29/32 ТС

Таблица 1

Операция и вид продукта	Величина на навески, г	Предварительная обработка навески или объема продукта перед деструкцией	Добавление этилового спирта, см ³	Добавление концентрированной азотной кислоты, см ³	Время при комнатной температуре, мин	Добавление концентрированной серной кислоты, см ³	Время при комнатной температуре, мин	Температура и время нагрева на водяной бане, °С	Примечание
ДЕСТРУКЦИЯ «ЗАКРЫТЫМ» СПОСОБОМ									
Контроль на реактивы	—	—	15,0	15,0	—	15,0	15	70 °С — 15 мин 100 °С — 90 мин	Количество реактивов в контроле должно быть таким, как и в исследуемом продукте
Творог и творожные изделия, сычужные и плавленые сыры, сливочное масло	40,0	10,0 см ³ надсернокислого калия, перемешивают	—	15,0 порциями по 2—3 см ³	—	15,0 через капельную воронку	20	70 °С — 15 мин 100 °С — 90 мин до полного просветления придонного слоя	После добавления порции кислоты пробу перемешивают
Растительные масла, маргарин, жировые продукты	40,0	То же	—	40,0 разбавленной (1:2) азотной кислоты, выдерживают при комнатной температуре 30 мин, помещают на водяную баню 70 °С — выдерживают до прекращения всенивания, баня 100 °С — 60 мин, охлаждают до комнатной температуры	—	20,0 по каплям	—	100 °С — 60 мин до полного просветления придонного слоя	То же
ДЕСТРУКЦИЯ «ОТКРЫТЫМ» СПОСОБОМ									
Контроль на реактивы	—	—	1,0	15,0 порциями по 2—3 см ³	20	20,0 по каплям	До полного прекращения выделения окислов азота	100 °С — 45 мин	Количество реактивов должно быть таким, как в исследуемом продукте
Мясо и мясо птицы, печень, почки и другие внутренние органы, мясные продукты и продукты мяса птицы, яйцепродукты	40,0	—	1,0	То же	20	То же	То же	100 °С — 45 мин	При наличии более 30 % жира перед деструкцией в колбу вносят 10 см ³ надсернокислого калия, объем серной кислоты в этом случае увеличивается до 25—30 см ³
Молоко и молочные продукты: жидкие (молоко и кисломолочные напитки)	40,0	—	1,0	5,0 порциями по 0,5 см ³	30	7,0 по каплям	»	70 °С — 15 мин 100 °С — 45 мин	—