

ГОСТ 26931—86

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2010

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Методы определения меди

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

ГОСТ
26931—86

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).

С. 2 ГОСТ 26931—86

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 см³.

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/м³, по ГОСТ 18481.

Универсальная индикаторная бумага.

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

Аммоний надсерникоксидный 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/дм³.

Пирогаллол А, ч.д.а., раствор концентрации 250 г/дм³.

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/см³.

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/дм³.

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/см³ и разбавленная водой (1:1) и (1:2).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х.ч., плотностью 1,72 г/см³, разбавленная водой (1:3).

Кислота соляная, ос.ч., по ГОСТ 14261 или кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., плотностью 1,19 г/см³, разбавленная водой (1:1) и раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 г/см³.

Кислота хлорная, х.ч., плотностью 1,25 г/см³, раствор с массовой долей 57 % или кислота хлорная, ч.д.а., плотностью 1,32 г/см³, раствор с массовой долей 42 %; раствор, разбавленный водой при использовании кислоты, квалификации х.ч. (10:9) или ч.д.а. (10:4).

Натрий сернистоокислый (сульфит) безводный по ГОСТ 195, ч.д.а., раствор концентрации 201,6 г/дм³, свежеприготовленный.

Медь серникоксидная 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 $c(1/3 \text{H}_2\text{PO}_4) = 1,3$ моль/дм³ и хлорной кислоты концентрации $c(\text{HClO}_4) = 0,7$ моль/дм³; 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 $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³; отмеривают пипеткой 8,2 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

Используют при анализе виноматериалов, хлеба и хлебобулочных продуктов.

2.3.2.3. Фоновый электролит В — раствор соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,4$ моль/дм³; отмеривают цилиндром 33 см³ кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ 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 $c(\text{NH}_4\text{Cl}) = 1$ моль/дм³ и аммиака концентрации $c(\text{NH}_3) = 1$ моль/дм³: 53,49 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. 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 см³). 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/дм³, содержащий серную кислоту и надсернистый аммоний; готовят следующим образом: 50,00 г хлористого натрия количественно переносят в коническую колбу вместимостью 2 дм³, растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора серной кислоты и вносят около 10 г надсернистого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин, охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют дистиллированной водой до метки.

2.3.2.6. Фоновый электролит Е — раствор хлористого натрия концентрации 50 г/дм³; готовят следующим образом: 50,00 г хлористого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, 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

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

3,929 г сернистой меди растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 1 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и доводят объем водой до метки.

Основной раствор хранят не более 1 года. Концентрация меди в основном растворе равна 1 мг/см³.

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 см³ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2 см³ разбавленной хлорной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют 3 см³ ортофосфорной кислоты, 3 см³ 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 см³.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 3 мкг/см³. 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 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании на водяной бане в 5 см³ 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 см³.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 2 до 8 мкг/см³. 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 см³ фонового электролита, внося его порциями по 2 см³ 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 см³.

Концентрация меди в испытуемом растворе должна быть от 2 до 8 мкг/см³. 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 см³ разбавленной соляной кислоты. Раствор нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, 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/см³. 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 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты. Раствор выпаривают на электроплитке до объема 1 см³ и затем досушивают на водяной бане. Осадок растворяют в 4 см³ раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/дм³, добавляют 4 см³ раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, смывая его несколько раз фоновым электролитом. Если появляется помутнение раствора, объем добавляемого лимоннокислого аммония следует увеличить до 5 см³. 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/см³. 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 см³ дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 250 см³, приливают 1 см³ раствора серной кислоты и вносят около 1 г надсернистого 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 см³, смывают колбу и фильтр дистиллированной водой и объем доводят до метки. Концентрация меди в растворе должна быть 0,1—4,0 мкг/см³. 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 надсернистым 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 см³.

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 см³, 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 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора по пп. 2.4.2.1—2.4.2.3. В первую колбу добавляют 1 см³ 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 см³), 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 см³. 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 см³ помещают по 8 см³ контрольного или испытуемого раствора по пп. 2.3.6.4 или 2.3.6.5 и 1 см³ раствора сульфата натрия. В первую колбу добавляют 1 см³ 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 см³ 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 см³), 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 мг/г (мг/кг) или массовую концентрацию (X) в мг/дм³ вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

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

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

где m_1 — масса меди, добавляемая перед вторым полярографированием, мкг;

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

m_k — 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, см³;

V_1 — объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования, см³;

V — объем продукта, взятый для озоления, см³;

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 диэтилдителиокарбаматом 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.

С. 6 ГОСТ 26931—86

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 см³.

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/дм³. Хранят в посуде из темного стекла не более 7 сут.

Медь сернистая 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/дм³.

Фильтры обеззолненные 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/см³*

Раствор готовят по п. 2.3.3.

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

В мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 100 г лимоннокислого аммония и 25 г трилона Б, взвешенных с погрешностью не более $\pm 0,1$ г, растворяют и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см³, добавляют 0,5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 50 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ основного раствора меди, приготовленного по п. 2.3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят перед использованием.

3.3.5.2. В делительные воронки вместимостью 250 см³ каждая помещают 0,5; 1; 2; 3 и 4 см³ 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 см³ 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 см³. Затем в делительные воронки вводят 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 15 см³ 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 см³. В делительные воронки помещают 10 см³ 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 $\lambda_{\text{max}} = (440 \pm 5)$ 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 см³ 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 см³ 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/дм³ 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, см³;

V_1 — аликвотный объем минерализата, см³;

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

V — объем продукта, взятый для минерализации, см³.

Массовую долю меди (X_3) в млн⁻¹ (мг/кг) или массовую концентрацию (X_4) в мг/дм³ 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, см³.

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 фотозлектрический со светофильтром с $\lambda_{\text{max}} = (440 \pm 5)$ 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 см³.

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 см³, 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/дм³ и $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,001$ моль/дм³.

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/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Спирт гексилловый (гексанол I).

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/см³

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 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем доводят до метки раствором серной кислоты 0,001 моль/дм³.

4.3.3.2. 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см³ 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 см³, в каждую воронку вносят 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³, 10 см³ 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 $\lambda_{\text{max}} = (440 \pm 5)$ 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 сернической меди берут такой же объем раствора серной кислоты концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ моль/дм}^3$.

(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 см³ отмеривают 5 см³ предварительно отфильтрованного напитка, при массовой концентрации меди более 6 мг/дм³—2,5 см³, вносят 40—50 см³ воды, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³, 10 см³ раствора дибензилдитиокарбамата цинка. Взбалтывают 2 мин, добавляют 5 см³ этилового спирта (для красных вин 10 см³) 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 см³ 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. Частицы 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 см³ пива, подготовленного по п. 4.3.2, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³, 0,5 см³ перекиси водорода и одну каплю гексанола.

Пробирку выдерживают 30 мин в кипящей водяной бане, охлаждают в проточной воде 5 мин, добавляют около 50 см³ воды, 5 см³ раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм³ и 10 см³ 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. 4.3.2, и находят массу меди по градуировочному графику.

Контрольный раствор готовят из 50 см³ 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/дм³ вычисляют по формуле

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

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

V — объем напитка, взятый для определения, см³.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Вычисление производят до второго десятичного знака.

5.2. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов (\bar{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 изменениями влияющих факторов составляют $\pm 0,05 \bar{X}$.

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

Минимальная концентрация меди, определяемая полярографическим методом, составляет 0,1 мкг/см³ полярографируемого раствора, приготовленного на фоновом электролите Г, 0,2 мкг/см³ — на фоновом электролите А и 2,0 мкг/см³ — на фоновых электролитах Б и В.

При анализе поваренной соли минимальная концентрация меди составляет 0,4 мкг/см³ 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 методической изменении влияющих факторов составляет 0,14 %.

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 см³.

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/см³.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос.ч., или по ГОСТ 3118, х.ч., плотностью 1,19 г/см³ и разбавленная (1:1).

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 г/см³.

Медь сернистая по ГОСТ 4165, х.ч.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х.ч., растворы концентраций $c(\text{NaOH}) = 1$ и 3 моль/дм³.

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 см³ раствора; готовят следующим образом: растворяют 3,929 г сернистой меди в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, добавляют 1 см³ серной кислоты и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор 2, содержащий 10 мкг меди в 1 см³ раствора; готовят путем отбора 10 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доведения объема раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор 3, содержащий 1 мкг меди в 1 см³ раствора; готовят путем отбора 10 см³ раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³ помещают по 9,50 г хлористого натрия, растворяют примерно в 100 см³ воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 5 см³ раствора лимоннокислого натрия, 3 см³ раствора хлористого аммония, 3 см³ раствора гидроксида натрия концентрации

$c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ и тщательно перемешивают. Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см³ 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 см³ помещают по 12,00 г хлористого натрия, растворяют примерно в 400 см³ воды, приливают раствор 2 или 3, объем которых указан в таблице, 12 см³ раствора хлористого аммония, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия, 6 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 1$ моль/дм³ и тщательно перемешивают. Приливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в другую делительную воронку вместимостью 50 см³. Водный слой промывают 2 см³ четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют медь 1,5 см³ 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 см³ воды, приливают 1,0 см³ серной кислоты, вносят около 1 г надсерниокислого аммония. Кипятят раствор в течение 30 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³ и разбавляют объем полученного раствора примерно до 100 см³ дистиллированной водой. Приливают 5 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 3$ моль/дм³, 6 см³ раствора хлористого аммония, 5 см³ раствора лимоннокислого натрия и тщательно перемешивают. Приливают 2 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 10 см³ 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 см³, растворяют примерно в 100 см³ воды, приливают 5 см³ 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 см³ дистиллированной воды, приливают 1 см³ серной кислоты, вносят около 1 г надсерниокислого 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 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой примерно до 400 см³.

Приливают 12 см³ раствора хлористого аммония, 10 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 3$ моль/дм³, 10 см³ раствора лимоннокислого натрия и тщательно перемешивают. Приливают 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, 5 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают полученную смесь в течение 5 мин. После разделения слоев органическую фазу (нижний слой) переносят в делительную воронку вместимостью 50 см³. Водный слой промывают 2 см³ четыреххлористого углерода, который объединяют с экстрактом. Из полученного экстракта реэкстрагируют медь 1,5 см³ соляной кислоты (1:1) в течение 1 мин, реэкстракцию повторяют, а реэкстракты объединяют.

При анализе чрешной и вакуум-выварочной соли навеску продукта массой 12,00 г помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, растворяют примерно в 400 см³ воды, приливают 12 см³ 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 чрешной 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_s) в млн⁻¹ (мг/кг) вычисляют по формуле

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

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_s') 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)