Межгосударственный стандарт ГОСТ 26928-86 "Продукты пищевые. Метод определения железа" (утв. постановлением Госстандарта СССР от 25 июня 1986 г. N 1763)

Food-stuffs. Method for determination of iron

Дата введения 1 июля 1988 г.

Взамен ГОСТ 13195-75
в части разд. 2

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты и устанавливает колориметрический метод определения железа.

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином красного цвета.

1. Метод отбора проб

1.1 Отбор и подготовка проб к испытаниям - по нормативно-технической документации на соответствующий вид продукции.

1.2. Минерализация - по ГОСТ 26929.

2. Аппаратура, материалы и реактивы

Колориметр фотоэлектрический по нормативно-технической документации со светофильтром с нм или спектрофотометр.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности и с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности по ГОСТ 24104*.

Колбы 1-50-2 или 2-50-2; 1-100-2 или 2-100-2; 1-500-2 или 2-500-2; 1-1000-2 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 и 20 .

Цилиндры 1-50 и 1-500 по ГОСТ 1770.

Воронки типа В по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Фильтры обеззоленные.

Бумага универсальная индикаторная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 180 и с (1/2) = 0,01 .

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор (1+1) по объему.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456 или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298, раствор 100 и солянокислый раствор. Солянокислый раствор применяют только для винодельческой продукции и пива.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962**.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ортофенантролин.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор 200 или аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 180 .

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота аскорбиновая.

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

3. Подготовка к испытанию

3.1. Приготовление основного раствора железа массовой концентрации 1

Раствор готовят по ГОСТ 4212.

3.2. Приготовление солянокислого раствора гидроксиламина гидрохлорида

10 г гидроксиламина гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 300-400 воды, добавляют 170 соляной кислоты и объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 1000 .

3.3. Приготовление раствора ортофенантролина

0,25 г ортофенантролина, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, переносят с 20-30 воды в мерную колбу вместимостью 100 , добавляют 20 этилового спирта и после растворения ортофенантролина объем доводят водой до метки.

3.4. Подготовка пробы

3.4.1. Минерализацию пробы проводят по ГОСТ 26929.

3.4.2. Белые вина, белые виноматериалы и пиво минерализации не подвергают.

3.4.3. Пиво, игристые и шипучие вина перед испытанием освобождают от углекислого газа по ГОСТ 26929, разд. 1.

3.4.4. Раствор минерализата, полученного кислотной минерализацией, используют для испытания без дополнительной обработки.

3.4.5. Золу, полученную сухой минерализацией, растворяют в 5 раствора соляной кислоты при нагревании на водяной бане, переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 50 и объем доводят водой до метки.

3.4.6. При испытании кондитерских продуктов к золе до растворения добавляют 1-2 раствора соляной кислоты и упаривают досуха на водяной бане.

3.4.7. При испытаниях красных вин, красных виноматериалов, коньяков и коньячных спиртов золу обрабатывают по п. 4.3.

3.5. Приготовление растворов сравнения, контрольного раствора и построение градуировочного графика

3.5.1. 10 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 и объем доводят до метки раствором серной кислоты 0,01 .

3.5.2. При испытании продуктов, за исключением винодельческой продукции и пива, 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 раствора, приготовленного по п. 3.5.1 (что соответствует 10, 20, 30, 40, 60 и 80 мкг железа), вносят в мерные колбы вместимостью 50 , в каждую колбу добавляют 1 раствора гидроксиламина, доводят pH до 4-6 по индикаторной бумаге с помощью раствора уксуснокислого натрия или аммония. Вносят 1 раствора ортофенантролина и объем доводят водой до метки. Перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм при светофильтре с нм или на спектрофотометре при длине волны 510 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 20 мм.

Контрольный раствор готовят точно так же, как растворы сравнения, но без добавления раствора железа.

При испытании рыбной продукции вместо раствора гидроксиламина допускается внесение ( ) мг аскорбиновой кислоты.

3.5.3. При испытании винодельческой продукции и пива в мерные колбы вместимостью 50 вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 раствора, приготовленного по п. 3.5.1 (что соответствует 10, 20, 40, 60, 80, 100 и 120 мкг железа), 10 солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина и 1 раствора ортофенантролина, оставляют на 15 мин, затем вносят 10 раствора уксуснокислого аммония, объем доводят водой до метки и измеряют оптическую плотность растворов по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят так же, как растворы сравнения, но без добавления раствора железа.

Светофильтр и кювета - по п. 3.5.2.

3.5.4. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массы железа в мкг, введенные в растворы сравнения, по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности.

4. Проведение испытания

4.1. При испытании продуктов, за исключением винодельческой продукции и пива, в мерную колбу вместимостью 50 вносят раствор минерализата в таком объеме, чтобы масса железа в колбе составила 20-80 мкг. Добавляют в колбу все те растворы, в той же последовательности, как указано в п. 3.5.2, и измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят аналогично контрольной пробе, приготовленной по ГОСТ 26929, со всеми реактивами, указанными выше в п. 3.5.2.

4.2. При испытании белых вин и виноматериалов и пива в мерную колбу вместимостью 50 вносят в зависимости от массовой концентрации железа 2,5-20 предварительно отфильтрованного напитка, а затем все растворы в той же последовательности, как указано в п. 3.5.3.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору.

Для приготовления контрольного раствора в мерную колбу вместимостью 50 вносят такой же объем напитка, 10 солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина, через 15 мин 10 раствора уксуснокислого аммония и содержимое доводят водой до метки.

4.3. При испытании красных вин, красных виноматериалов, коньяков и коньячных спиртов к золе добавляют 10 солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина и выдерживают 3-5 мин на кипящей водяной бане. Полученный раствор переносят с промывными водами в мерную колбу вместимостью 50 , добавляют 1 раствора офтофенантролина. Одновременно готовят контрольный раствор, для чего в другую мерную колбу вместимостью 50 вносят 10 солянокислого раствора гидрохлорида гидроксиламина и 1 раствора ортофенантролина. Через 15 мин в обе колбы вносят 10 раствора уксуснокислого аммония, содержимое доводят водой до метки и измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору.

5. Обработка результатов

5.1. Массовую долю железа в продуктах (X) в (мг/кг) вычисляют по формуле

.

Массовую концентрацию железа в продуктах ( ), за исключением винодельческой продукции и пива, в вычисляют по формуле

,

где - масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

V - общий объем раствора минерализата, ;

- объем раствора минерализата, взятый для определения, ;

m - масса навески продукта, взятая для минерализации, г;

- объем продукта, взятый для минерализации, .

5.2. Массовую концентрацию железа в винодельческой продукции и пиве ( ) в вычисляют по формуле

,

где - масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг;

- объем напитка, взятый для определения, .

5.3. Вычисление проводят до первого десятичного знака.

Окончательный результат округляют до целого числа, для коньяков и коньячных спиртов - до первого знака после запятой.

5.4. За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое значение ( ) результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20% по отношению к среднеарифметическому значению при P = 0,95.

5.5. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли железа любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют .

5.6. Минимальная масса железа, определяемая данным методом, составляет 10 мкг в колориметрируем объеме.

5.7. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли железа одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0,14 .

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

---

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

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