СССР
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

КОНСЕРВЫ И ПРЕЗЕРВЫ РЫБНЫЕ

Издание официальное

МОСКВА
1958

Настоящий сборник составлен издательством «Стандартгиз» с целью представления в собранном виде действующих на 1 февраля 1958 г. стандартов на рыбные консервы и презервы, а также вспомогательные материалы, применяемые при консервировании, упаковке и маркировке рыбы.

Для удобства пользования в стандарты внесены изменения, действующие к моменту издания. Эти стандарты в индексе (возле номера) имеют знак *.

В связи с тем, что Государственные стандарты периодически пересматриваются в целях дальнейшего улучшения ассортимента и качества выпускаемой продукции и в них вносятся изменения, а сборник составлен на определенную дату, необходимо при пользовании им проверять действие публикуемых стандартов, а также наличие изменений к ним.

Текущая информация обо всех вновь установленных и пересмотренных стандартах, а также изменениях публикуется в ежемесячном издании «Информационном указателе стандартов», заказы на который следует направлять в отдел распространения Стандартгиза (Москва И-90, 2-я Мещанская ул., д. 51).

IV. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ. УПАКОВКА. МАРКИРОВКА

Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ **ПРОДУКТЫ И НАПИТКИ ПИЩЕВЫЕ И ВКУСОВЫЕ** Методы определения свинца, меди, цинка и олова	**ГОСТ 5370—50** Взамен ОСТ НКММП 3 и ОСТ НКПП 559 в части определения тяжелых металлов Группа Н09

Настоящий стандарт распространяется на методы определения свинца, меди, цинка и олова в пищевых и вкусовых продуктах и напитках.

Применение метода устанавливается в стандартах, ведомственных технических условиях или иной технической документации на каждый вид пищевых и вкусовых продуктов и напитков.

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяется следующая аппаратура:

а) прибор для мокрого сжигания (в тексте);
б) аппарат Киппа;
в) колбы конические емкостью 100 и 300 *мл*;
г) колбы Кьельдаля емкостью 100; 250 и 500 *мл*;
д) колбы плоскодонные емкостью 500 *мл*;
е) пробирки центрифужные емкостью 10 и 70 *мл*;
ж) пробирки плоскодонные с делениями 5; 10 и 15 *мл*;
з) пробирки химические;
и) стаканы химические емкостью 100 *мл*;
к) цилиндры мерные емкостью 10 *мл*;
л) чашки фарфоровые;
м) тигли фарфоровые;
н) печь муфельная;
о) сетки асбестовые;
п) штативы железные;
р) воронка капельная;
с) бани: водяная и песочная;
т) микроскоп (малое увеличение).

2. При проведении определения применяются следующие реактивы и материалы:

а) алюминий металлический мелко нарезанный или алюминиевая пыль по ГОСТ 3549—55 марки АВ0;

б) аммиак водный по ГОСТ 3760—47, 25%-ный и 10%-ный растворы;

Внесен Министерством здравоохранения СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 2/VI 1950 г.	Срок введения 1/VII 1950 г.

в) аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51;

г) аммоний роданистый по ГОСТ 3768—47, 10%-ный раствор;

д) железо сернистое;

е) йод металлический по ГОСТ 4159—48, 0,01 н раствор;

ж) калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—48, 5%-ный раствор;

з) калий йодистый по ГОСТ 4232—48;

и) калий ртутно-роданистый. 3 *г* хлорной ртути (сулемы) по ГОСТ 4519—48 и 3 *г* роданистого калия по ГОСТ 4139—48 растворяют при комнатной температуре в 3 *мл* дистиллированной воды;

к) кислота азотная по ГОСТ 4461—48, 10%-ный раствор и 1 : 3;

л) кислота серная по ГОСТ 4204—48 (уд. в. 1,835);

м) кислота соляная по ГОСТ 3118—46 (уд. в. 1,1885), 10%-ный и 1%-ный растворы;

н) кислота уксусная по ГОСТ 61—51;

о) крахмал растворимый по ГОСТ 7699—55, 1%-ный водный раствор;

п) медь сернокислая по ГОСТ 4165—48, типовой раствор. 0,9821 *г* перекристаллизованный сернокислой меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переводят в мерную колбу емкостью 250 *мл*, добавляют 10 *мл* 10%-ной серной кислоты и дистиллированной воды до метки; 1 *мл* такого раствора соответствует 1 *мг* меди;

р) мрамор в кусках;

с) натр едкий по ГОСТ 4328—48, 10%-ный раствор;

т) натрий серноватистокислый (гипосульфит) по ГОСТ 4215—48, 0,01 н раствор;

у) натрий углекислый безводный (сода) по ГОСТ 83—41;

ф) натрий уксуснокислый кристаллический по ГОСТ 199—52, насыщенный раствор, подкисленный уксусной кислотой до слабокислой реакции по лакмусу;

х) перекись водорода медицинская (пергидроль) по ГОСТ 177—55;

ц) свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—48, типовой раствор. 160 *мг* азотнокислого свинца растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переводят в мерную колбу емкостью 100 *мл*, добавляют 1 каплю концентрированной азотной кислоты, перемешивают и добавляют дистиллирован-

ную воду до метки; 1 *мл* такого раствора содержит 1 *мг* свинца; 2 *мл* приготовленного раствора переносят в другую мерную колбу емкостью 100 *мл* и доводят водой до метки; 1 *мл* второго раствора содержит 0,02 *мг* свинца;

ч) спирт этиловый по ГОСТ 5962—51;

ш) фосфат натрия однометаллический; приготовление из двуметаллического фосфата натрия (Na_2HPO_4) по ГОСТ 4172—48; последний растворяют в возможно меньшем количестве воды; к раствору медленно добавляют концентрированную фосфорную кислоту, пока несколько капель смеси не перестанут давать осадка с раствором хлористого бария; затем раствор выпаривают до начала кристаллизации и охлаждают;

щ) фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор;

э) фильтры беззольные.

II. ОТБОР ПРОБ И ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3. Отбор проб производят по стандарту на соответствующий продукт, а в случае отсутствия стандарта — по ВТУ или иной технической документации.

4. В зависимости от характера пищевого продукта, для определения свинца, меди, цинка и олова из отобранной пробы берут навеску, величина которой устанавливается по следующей таблице:

№№ п/п.	Наименование продукта	Навески в *г* при определении	
		свинца, меди и цинка	олова
1	Желатина пищевая	10	—
2	Жиры топленые	50	40
3	Кислоты:		
	виннокаменная пищевая	5	—
	молочная	10	—
	уксусная концентрированная пищевая	5	—
	уксус столовый	20 *мл*	—

Продолжение

№№ п/п	Наименование продукта	Навески в *г* при определении	
		свинца, меди и цинка	олова
4	Продукты консервированные: мясные, мясо-растительные, рыбные, овощные, фруктовые, варенье, джем, повидло, фруктовое пюре, соки натуральные и сульфитированные, экстракты, сиропы, овощи соленые и квашеные, фрукты и овощи маринованные, томат-пюре и томат-паста, фрукты и овощи сушеные, рыбные презервы	15	40
5	Консервы молочные: сгущенное молоко с сахаром, кофе и какао со сгущенным молоком, сгущенное молоко стерилизованное, сухое молоко, сухие сливки с сахаром и без сахара	15	25
6	Кондитерские изделия	15	—
7	Напитки: безалкогольные и слабоалкогольные, сиропы (плодово-ягодные морсы—негазированные; плодово-ягодный морс—полуфабрикат для изготовления плодово-ягодных напитков; напитки десертные газированные—майский, абрикотин, мускатный, крымский, моссельпром и др.)	250 *мл*	—
8	Патока, глюкоза	20	20
9	Изделия хлебопекарные	25	—

5. Для определения тяжелых металлов в пищевых и вкусовых продуктах и напитках, не перечисленных в таблице настоящего стандарта, берут навеску, исходя из содержания сухого остатка в исследуемом веществе: для свинца, меди и цинка — около 10 *г* сухого вещества и для олова—около 20 *г* сухого вещества в навеске.

6. Взвешивания производят с точностью до 0,01 *г*.

7. Результаты испытания свинца, меди, цинка и олова выражают в *мг* на 1 *кг* или на 1 *л* продукта.

8. Подготовку вещества для определения свинца, меди и цинка производят, не допуская применения мясорубки и металлических сит; в зависимости от характера пищевого продукта, подготовку производят следующим образом.

а) **Кислоты пищевые** (виннокаменная, лимонная, уксусная, молочная) **и соль поваренная.** Навеску исследуемого вещества переносят в коническую колбу объемом около 100 *мл*. Жидкие вещества разбавляют до 20 *мл* дистиллированной водой и добавляют 2 *мл* 10%-ной соляной кислоты; вещества твердой консистенции растворяют в 25 *мл* 1%-ной соляной кислоты и в том и другом случае в раствор пропускают ток сероводорода, как указано ниже в разд. III настоящего стандарта.

б) **Желатина.** 10 *г* желатины помещают в колбу объемом около 500 *мл*, добавляют дистиллированную воду в количестве, достаточном для набухания желатины (50—70 *мл*), и оставляют на 2—3 часа(лучше на ночь) при частом взбалтывании. К набухшей желатине добавляют 25 *мл* концентрированной соляной кислоты и после перемешивания ставят в кипящую водяную баню на 2 часа. Затем содержимое колбы охлаждают, добавляют аммиак (25%-ный раствор) до щелочной реакции и пропускают в течение 1 часа ток сероводорода. Колбу с содержимым помещают в воду, нагретую до кипения. После того как осадок соберется на дне колбы в комочки и жидкость над осадком сделается прозрачной, осадок отделяют центрифугированием в центрифужных пробирках объемом около 70 *мл*.

Осадок обрабатывают раствором азотной кислоты (1 : 1 по объему) при нагревании, погружая центрифужные пробирки в горячую воду, и отделяют нерастворившийся осадок (органическое вещество желатины) центрифугированием, собирая раствор в небольшую фарфоровую чашку. Осадок промывают 2—3 раза новой порцией раствора азотной кислоты, собирая промывную жидкость в ту же чашку.

Содержимое фарфоровой чашки выпаривают досуха, добавляют 20 *мл* 10%-ного раствора соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Последнюю операцию повторяют два раза для удаления азотной кислоты.

Остаток хлоридов растворяют в 2 *мл* 10%-ной соляной кислоты, переводят раствор с помощью 20 *мл* дистиллированной воды в коническую колбу объемом около 100 *мл* и пропускают ток сероводорода, как указано ниже в разд. III настоящего стандарта.

в) **Все прочие пищевые продукты** подвергают минерализации путем огневого озоления.

Навеску пищевого продукта, содержащего небольшое количество воды (консервы, хлеб и т. п.), помещают в небольшую фарфоровую чашку (диаметром около 7 *см*), высушивают на песочной или воздушной бане, а затем осторожно обугливают и озоляют на слабом огне или в муфеле, допуская лишь слабокрасное накаливание стенок муфеля.

Навеску жидкого вещества (вино, напитки и т. п.) предварительно выпаривают досуха по частям в небольшой фарфоровой чашке (диаметром около 7 *см*) на водяной бане и затем проводят озоление, как указано выше.

Навеску жира помещают в фарфоровую чашку, погружают в жир фитиль, свернутый из беззольной бумаги, который затем зажигают.

Сгорание жира в фарфоровой чашке должно протекать без разбрызгивания и потерь. Полученный после сжигания остаток доозоляют, как указано выше при озолении пищевых продуктов с небольшим количеством воды.

К золе, полученной одним из указаных выше способов, добавляют 5 *мл* соляной кислоты (1 : 1) и 1 каплю пергидроля и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают 2 *мл* 10%-ной соляной кислоты, добавляют 3 *мл* воды и фильтруют через предварительно смоченный фильтр в коническую колбу объемом около 100 *мл*. Фарфоровую чашку и фильтр промывают 15 *мл* дистиллированной воды, собирая промывные воды в ту же коническую колбу. В полученный раствор пропускают ток сероводорода, как указано ниже в разд. III настоящего стандарта.

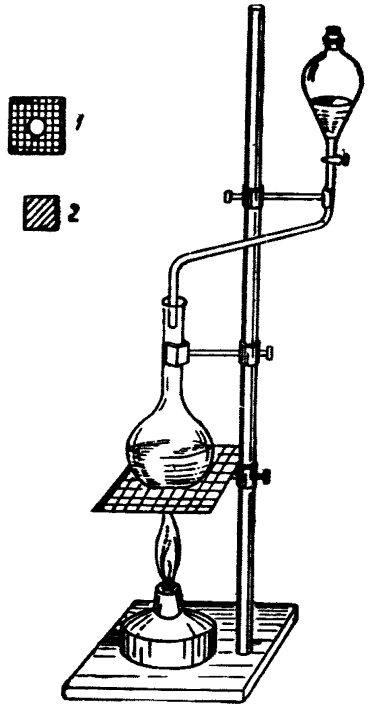
9. Перед проведением испытания на олово производят разрушение органического вещества.

10. Навеску пищевого продукта, хорошо измельченного или растертого в фарфоровой ступке до однородной массы, помещают в колбу Кьельдаля на 500—750 *мл*, добавляют 50 *мл* 10%-ной азотной кислоты и щепотку толченого химического стекла, обработанного в смеси серной и азотной кислот, взбалтывают содержимое колбы и оставляют в покое на 10 мин., после чего добавляют 25 *мл* крепкой серной кислоты, взбалтывают, ставят на сетку, отверстие в середине которой должно быть закрыто листочком асбеста. Колбу прикрепляют в штативу лапкой (см. чертеж).

11. В капельную воронку, изогнутую и закрепленную лапкой, наливают 150—200 *мл* чистой крепкой азотной кислоты. Устанавливают носик воронки над центром колбы и открывают кран у воронки, чтобы в минуту вытекало 15—20 капель кислоты, и нагревают содержимое колбы до кипения.

Во время сжигания колба должна быть наполнена бурыми парами окислов азота. Если жидкость в колбе начнет темнеть, следует увеличить приток в колбу азотной кислоты до 30—35 капель в минуту; когда жидкость в колбе станет бурой или бесцветной, приток азотной кислоты уменьшают до 15—20 капель в минуту.

12. Через 20—30 мин. кипения, когда закончится стадия пенообразования, вынимают из-под колбы асбестовый лист и продолжают нагревание колбы на голом огне, чтобы он охватывал покрытое жидкостью дно колбы и не касался сухих стенок ее, иначе колба может лопнуть.



1. Асбестовая сетка с отверстием в середине
2. Асбестовый листочек

13. Когда жидкость в колбе обесцветится, прекращают прибавление в колбу азотной кислоты и кипятят жидкость в ней до белых паров серной кислоты. После чего кипятят еще 10 мин.

Если в течение этого времени жидкость остается бесцветной, считают минерализацию органического вещества законченной. Если же начинается потемнение жидкости, то добавляют в нее из воронки по каплям азотную кислоту и продолжают минерализацию, как указано выше.

14. Бесцветную или слабо зеленоватую жидкость охлаждают, добавляют в нее 25 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония и вновь кипятят до выделения паров серного ангидрида.

15. После полного охлаждения содержимое колбы переносят в коническую колбу емкостью 300 *мл*. Колбу Кьель-

даля тщательно споласкивают 60 *мл* воды, которую добавляют к основному раствору в конической колбе. Последнюю охлаждают струей воды и добавляют 25 *мл* соляной кислоты уд. в. 1,1885 и далее определяют олово, как указано в разд. VII настоящего стандарта.

III. ВЫДЕЛЕНИЕ И РАЗДЕЛЕНИЕ СВИНЦА, МЕДИ И ЦИНКА

16. Солянокислый раствор исследуемого вещества, подготовленного, как указано в п. 8 настоящего стандарта, нагревают до 40—50°С и пропускают в течение 40—60 мин. ток сероводорода. При этом в осадок выпадают сульфиды свинца, олова, меди и др., тогда как металлы 1-й, 2-й и 3-й групп остаются в растворе.

17. Сероводород пропускают через узко оттянутую трубку, доходящую до дна колбы. Выпавший осадок сульфидов и серы отделяют центрифугированием в пробирке емкостью около 10 *мл*, собирая жидкость в небольшую фарфоровую чашку (раствор *А*, в котором может быть цинк).

18. Осадок сульфидов промывают 1—2 раза 1%-ным раствором соляной кислоты, насыщенным сероводородом, присоединяя промывную жидкость к раствору *А*.

19. К промытому осадку сульфидов тотчас же добавляют 5 капель 10%-ного раствора едкого натра, нагревают в кипящей водяной бане, разбавляют 10 *мл* воды и центрифугируют (в растворе может быть олово, в осадке — сульфиды свинца и меди, а также сера). При большом осадке сульфидов обработку едким натром производят два раза.

20. К осадку сульфидов меди и свинца добавляют 5—10 капель смеси крепкой серной и азотной кислот, взятых в равных количествах, нагревают на небольшом пламени горелки, осторожно периодически вводя дно пробирки в пламя горелки.

21. Обработку осадка заканчивают после полного удаления паров азотной кислоты и появления белых тяжелых паров серного ангидрида (SO_3).

22. После охлаждения в пробирку добавляют 0,5—1,0 *мл* дистиллированой воды и такое же количество спирта. Если после прибавления воды и спирта раствор остается прозрачным, то соли свинца считают необнаруженными. При появлении в растворе мути или выпадении белого осадка ($PbSO_4$) производят следующие операции:

а) Осадок сернокислого свинца отделяют центрифугированием, собирая раствор в маленькую фарфоровую чашку.

Осадок промывают 2—3 раза небольшим количеством (около 10 *мл*), разбавленного этилового спирта (1 : 1 по объему), присоединяя промывные воды к раствору в фарфоровой чашке. В дальнейшем осадок $PbSO_4$ обрабатывают, как указано ниже в подпункте «б». Раствор выпаривают досуха на водяной бане, охлаждают и добавляют 1—5 капель 25%-ного раствора аммиака. Появление очень слабого голубого окрашивания указывает на наличие следов меди (меньше 0,1 *мг*) во взятой навеске. При более интенсивном окрашивании добавляют 1—2 *мл* дистиллированной воды и, если раствор оказывается мутным (от гидрита окиси железа), добавляют приблизительно такое же количество 25%-ного раствора аммиака, какое имеет весь раствор, и отделяют осадок центрифугированием, сливая раствор в мерный цилиндр объемом в 10 *мл*. Осадок в пробирке промывают 1—2 раза небольшим количеством дистиллированной воды, содержащей небольшое количество аммиака (около 1%), присоединяя промывную жидкость к раствору в мерном цилиндре; содержимое цилиндра добавлением дистиллированной воды доводят до определенного объема и сохраняют для количественного определения меди (раствор *Б*).

б) К осадку сернокислого свинца, оставшемуся в центрифужной пробирке, добавляют 1 *мл* насыщенного раствора уксуснокислого натрия, предварительно слабо подкисленного уксусной кислотой, нагревают в кипящей водяной бане 5—10 мин., добавляют 1 *мл* дистиллированной воды и фильтруют через маленький фильтр, смоченный предварительно дистиллированной водой, собирая фильтрат в мерный цилиндр объемом 10 *мл*. Пробирку и фильтр промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды, собирая промывные воды в тот же цилиндр. К раствору в цилиндре добавляют дистиллированную воду до 10 *мл* и хорошо перемешивают. 5 *мл* раствора из цилиндра переносят в центрифужную пробирку, добавляют 3 капли двухромовокислого калия (5%-ный раствор) и хорошо перемешивают. Если раствор остается прозрачным в течение 10 мин., считают свинец необнаруженным. При наличии в растворе свинца появляется желтая муть ($PbCrO_4$). В последнем случае проводят количественное определение свинца в растворе, оставшемся в цилиндре (раствор *В*).

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА

23. Для количественного определения свинца 1 *мл* раствора *В* из цилиндра переносят в плоскодонную пробирку с

делениями на 10 *мл*; в три другие такие же пробирки вносят типовой раствор свинца в количестве 0,01; 0,015 и 0,02 *мг*. В пробирки с типовым раствором добавляют по 0,1 *мл* насыщенного уксуснокислого натрия, слабо подкисленного уксусной кислотой. Далее во все 4 пробирки добавляют дистиллированную воду до 10 *мл*, перемешивают и добавляют по 3 капли двухромовокислого калия (5%-ный раствор), хорошо перемешивают и через 10—15 мин. образовавшуюся муть в пробирке с испытуемым раствором сравнивают с типовыми растворами.

24. Если для определения свинца берут не 1 *мл* испытуемого раствора, а меньше или больше, то в пробирки с типовыми растворами свинца добавляют столько уксуснокислого натрия, сколько его содержится во взятом для определения количестве испытуемого раствора. Как в испытуемом, так и в типовых растворах содержание уксуснокислого натрия должно быть одинаковым. Несоблюдение этих условий приводит к неправильным результатам.

25. *Примерный расчет*

Мутность испытуемого раствора соответствует мутности типового раствора, содержащего 0,01 *мг* свинца (Pb). Возьмем для количественного определения свинца 2 *мл* из 10 *мл* всего испытуемого раствора, полученного из 15 *г* навески. Следовательно, в 1 *кг* пищевого продукта содержится свинца:

$$Pb = \frac{0{,}01 \cdot 10 \cdot 1000}{2 \cdot 15} = 3{,}3 \text{ мг}.$$

V. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ

26. Часть или весь раствор *Б*, судя по качественной реакции, переносят в пробирку для колориметрирования с делениями на 5; 10 и 15 *мл* (или в обыкновенную пробирку). В три другие пробирки, одинаковые с первой, наливают типовой раствор меди, содержащий 0,1; 0,3 и 0,5 *мг* меди. Далее во все 4 пробирки добавляют по 2 *мл*, аммиака (25%-ный раствор) и дистиллированную воду, доводя объем содержимого каждой пробирки до 10 *мл*, и хорошо перемешивают. Интенсивность окрашивания испытуемого раствора сравнивают с окраской типовых растворов.

27. Если окраска испытуемого раствора интенсивнее окраски типового раствора, содержащего 0,1 *мг* меди, и слабее

окраски типового раствора с содержанием 0,3 *мг* меди, считают, что в испытуемом растворе количество меди равно 0,2 *мг*.

28. Расчет содержания меди (X) в *мг* на 1 *кг* пищевого продукта производится по формуле:

$$X = \frac{0{,}2 \cdot v_2 \cdot 1000}{v_1 \cdot G},$$

где.

v_1 — количество исследуемого раствора, взятое для колориметрирования, в *мл*;

v_2 — общее количество раствора, исследуемое на медь, в *мл*;

G — навеска пищевого продукта в *г*;

0,2 — количество меди по п. 27 настоящего стандарта в *мг*.

29. Определение меди без применения сероводорода допускается производить в томатопродуктах, не содержащих поваренной соли, когда в производственных условиях определяется только медь.

30. 50 *г* томатопродукта, не содержащего соли, помещают в фарфоровый тигель (или фарфоровую чашку) диаметром 8—10 *см*. Тигель ставят на песочную баню, подсушивают навеску и осторожно сжигают и прокаливают в муфельной печи до полного озоления.

31. Золу растворяют в разбавленной азотной кислоте (1 : 3 по объему) и выпаривают досуха на песочной бане, добавляют 2—3 *мл* 10%-ной соляной кислоты и вновь выпаривают досуха, избегая сильного прокаливания.

32. Остаток обрабатывают при нагревании 3 *мл* крепкой уксусной кислоты с 10 *мл* дистиллированной воды. Содержимое переносят в стакан, смывая тигель несколько раз небольшими количествами воды с таким расчетом, чтобы объем жидкости для титрования не превышал 50 *мл*.

К раствору прибавляют 5 *г* однометаллического фосфата натрия и после растворения проверяют полноту осаждения железа прибавлением в раствор 2—3 капель 10%-ного раствора роданистого аммония. Затем прибавляют 3 *г* йодистого калия.

33. Выделяющийся йод титруют 0,01 н раствором гипосульфита при сильном взбалтывании, добавляя в качестве индикатора раствор крахмала.

34. Расчет содержания меди (X) в *мг* на 1 *кг* томатопродукта производится по формуле:

$$X = \frac{0{,}636 \cdot v \cdot 1000}{G},$$

где:

v — количество *мл* раствора гипосульфита, пошедшее на титрование, с учетом контрольного опыта и поправки точно на 0,01 н раствор;

0,636 — количество меди, соответствующее 1 *мл* 0,01 н раствора гипосульфита, в *мг*;

G — навеска томатопродукта в *г*.

Примечание. Перед каждой серией определений проводят холостое титрование без навески.

35. В спорных случаях определение меди производится методом с применением сероводорода, указанным выше в настоящем разделе.

VI ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА

36. К раствору *А* (см. разд. III) добавляют 5—7 капель пергидроля, выпаривают на водяной бане досуха, остаток растворяют в 2—3 *мл* 10%-ной соляной кислоты и нейтрализуют насыщенным раствором соды (Na_2CO_3) до образования белой мути (выпадают углекислые соли железа, кальция, цинка и других металлов).

37. Для растворения выпавших карбонатов прибавляют (по каплям) 10%-ную соляную кислоту до получения прозрачного раствора.

38. К прозрачному раствору прибавляют избыток (5—7 *мл*) насыщенного раствора уксуснокислого натрия (CH_3COONa), ставят на сетку и нагревают до кипения, чтобы осадить железо. Кипятят 1—2 мин. и горячий раствор немедленно фильтруют через сухой фильтр. Осадок на фильтре промывают 3 раза горячим раствором уксуснокислого натрия (1 *мг* CH_3COONa на 20 *мл* воды). Фильтрат должен быть прозрачным и бесцветным, в противном случае осаждение железа следует повторить.

39. В горячий фильтрат пропускают в течение 20 мин. ток промытого сероводорода. При наличии цинка выпадает белый хлопьевидный осадок или небольшая белая муть (если цинка мало). Колбу после пропускания сероводорода закрывают

пробкой и через 2—3 часа осадок отфильтровывают (или центрифугируют) и промывают 2—3 раза сероводородной водой.

40. Промытый осадок сернистого цинка растворяют (в центрифужной пробирке или на маленьком фильтре) 2 *мл* горячей 10%-ной соляной кислоты. Одну каплю этого раствора переносят на предметное стекло и производят микрореакцию на цинк.

41. Каплю солянокислого раствора цинка, помещенную на предметное стекло, осторожно выпаривают досуха на маленьком пламени горелки (не перегревать). К остатку добавляют одну каплю раствора уксусной кислоты (1 : 50 по объему) и смешивают с сухим остатком. Рядом с этой каплей наносят каплю ртутно-роданистого калия и, соединив их тонкой стеклянной палочкой (нитью), не перемешивая капли, ставят под микроскоп. При наличии в растворе цинка почти моментально по краям капли выпадает белый осадок в виде перистых крестов и разветвленных групп, напоминающих листья папоротника. В случае положительной микрохимической реакции, количественное определение цинка производят следующим образом.

42. Солянокислый раствор цинка из центрифужной пробирки переливают в стакан на 30—50 *мл* и споласкивают пробирку в тот же стакан 2—3 *мл* воды.

(Если осадок сернистого цинка растворился на фильтре, то последний промывают 2—3 *мл* воды, собирая промывные воды и солянокислый раствор цинка в стакан на 30—50 *мл*). Прибавляют к солянокислому раствору цинка в стакан 1—2 капли 1%-ного фенолфталеина и по каплям 10%-ный раствор соды (Na_2CO_3) до ясной розовой окраски. Жидкость в стакане нагревают до кипения и кипятят 5—10 мин., чтобы перевести хлопьевидный осадок цинка в кристаллический ($ZnCO_3$).

43. Через 5—10 мин. осадок углекислого цинка отфильтровывают количественно, переводя из стакана на небольшой беззольный фильтр, промывают 5—6 раз горячей дистиллированной водой, подсушивают, вместе с фильтром переносят во взвешенный тигель и прокаливают. После выдержки в эксикаторе тигель с окисью цинка взвешивают. Вес ZnO умножают на коэффициент 0,8033 и получают вес металлического цинка в навеске продукта. Прокаленный остаток после охлаждения должен быть белого цвета. Бурая окраска ука-

зывает на примесь железа. В последнем случае цинк должен быть переосажден.

44. Расчет содержания цинка (X) в *мг* на 1 *кг* пищевого продукта производится по следующей формуле:

$$X = \frac{G_1 \cdot 0{,}8033 \cdot 1000}{G_2},$$

где:

G_1 — вес окиси цинка, полученный из навески, в *мг*;

G_2 — навеска продукта, взятая для определения цинка, в *г*;

0,8033 — коэффициент пересчета окиси цинка на металлический цинк.

VII. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЛОВА

45. Коническую колбу с исследуемым раствором (п. 15 настоящего стандарта) закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями. В одно отверстие вставляют трубку диаметром около 5—6 *мм*, доходящую до дна колбы, для тока CO_2, в другое отверстие вставляют трубку такого же диаметра, оканчивающуюся под пробкой, для выхода CO_2.

46. Трубку, доходящую до дна колбы, соединяют с промывалкой, содержащей 5%-ный раствор медного купороса, и пропускают через нее из аппарата Киппа ток углекислого газа в течение 5 мин.

47. Затем, не прекращая тока CO_2, открывают пробку в конической колбе, вносят в нее 0,4—0,5 *г* зерненого алюминия или алюминиевой пыли и снова закрывают колбу пробкой, продолжая пропускать ток CO_2.

48. Через несколько минут, когда бурное выделение водорода в колбе ослабеет, колбу нагревают на асбестовой сетке так, чтобы выделение водорода в колбе шло спокойно и жидкость не кипела.

Когда алюминий растворится и останется только олово в виде губчатой массы, жидкость кипятят до полного растворения олова. После этого нагревание прекращают, усиливают ток углекислоты, охлаждая содержимое колбы путем погружения в холодную воду.

49. По охлаждении содержимого колбы прекращают ток CO_2 и в колбу, приоткрыв немного пробку, вносят из пипетки 25 *мл* 0,01 н раствора йода, осторожно перемешивают, обмывают бывшие в жидкости стеклянные трубки дистиллирован-

ной водой в ту же колбу, чтобы объем жидкости в колбе был около 200 *мл*, и титруют 0,01 н раствором гипосульфита до соломенно-желтого цвета.

50. Затем добавляют 1 *мл* 1%-ного раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Параллельно проводят холостой опыт с теми же количествами реактивов и в тех же условиях.

51. Количественное содержание олова (X) в *мг* на 1 *кг* пищевого продукта вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(v_1 - v_2) \cdot 0{,}615 \cdot 1000}{G},$$

где:

v_1 — количество *мл* гипосульфита, пошедшее на титрование 25 *мл* раствора йода, добавленного к холостому опыту;

v_2 — количество *мл* гипосульфита, пошедшее на титрование 25 *мл* раствора йода, добавленного к исследуемому раствору;

G — навеска, взятая для анализа, в *г*;

0,615 — (опытный коэффициент) количество олова, соответствующее 1 *мл* 0,01 н раствора гипосульфита, в *мг*.

Замена

ГОСТ 3549—56 введен взамен ГОСТ 3549—47.
ГОСТ 5712—51 введен взамен ОСТ 2758.
ГОСТ 61—51 введен взамен ГОСТ 61—40.
ГОСТ 199—52 введен взамен ГОСТ 199—41.
ГОСТ 177—55 введен взамен ГОСТ 177—41.
ГОСТ 5962—51 введен взамен ОСТ НКПП 278.
ГОСТ 5850—51 введен взамен ОСТ НКТП 2857.
ГОСТ 7699—55 введен взамен ОСТ НКПП 8661/259.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

I. Консервы рыбные

ГОСТ 7451—55 Консервы рыбные в томатном соусе. Технические условия 5
ГОСТ 7452—55 Консервы рыбные натуральные. Технические условия . . 10
ГОСТ 7403—55 Консервы из краба в собственном соку. Технические условия 14
ГОСТ 7457—55 Консервы рыбные. Паштеты. Технические условия . . 25
ГОСТ 7456—55 Консервы рыбные. Печень тресковых рыб. Технические условия 28
ГОСТ 7455—55 Консервы рыбные. Рыба в желе. Технические условия . 32
ГОСТ 7144—55 Консервы рыбные. Рыба копченая в масле. Технические условия 35
ГОСТ 6065—55 Консервы рыбные. Рыба обжаренная в масле. Технические условия 39
ГОСТ 7454—55 Консервы рыбные. Сардины в масле (кроме сардины-иваси) и рыба в масле. Технические условия 43
ГОСТ 281—41 Сардины в масле 48
ОСТ НКПП 429 Консервы «Сардины в томате» 53
ГОСТ 280—55 Консервы рыбные. Шпроты в масле. Технические условия 58

II. Презервы рыбные

ГОСТ 7453—55 Презервы из разделанной рыбы. Технические условия . 65
ГОСТ 3945—55 Презервы рыбные. Рыба пряного посола. Технические условия 71

III. Вспомогательные материалы для изготовления консервов и презервов

ГОСТ 7981—56 Масло арахисовое 77
ОСТ НКПП 309 Масло горчичное (жирное) 82
ОСТ 3670 Масло кедровое пищевое нерафинированное 86
ГОСТ 1129—55 Масло подсолнечное 88
ГОСТ 21—57 Сахар-песок 94
ГОСТ 153—57 Соль поваренная пищевая 98

IV. Методы испытаний, упаковка, маркировка

ОСТ НКПП 559 Методы испытания консервированных пищевых продуктов 123
ГОСТ 8558—57 Мясные продукты. Методы определения содержания нитритов 181
ГОСТ 5370—50 Продукты и напитки пищевые и вкусовые. Методы определения свинца, меди, цинка и олова 189
ГОСТ 1506—52 Консервы в металлической и стеклянной таре. Расфасовка, упаковка и маркировка 204

Стр.

ГОСТ 5717—51 Банки, бутыли и стаканы стеклянные для консервов 213
ГОСТ 8416—57 Ящики дощатые решетчатые для продукции пищевой промышленности 233
ГОСТ 6954—54 Ящики картонные для консервов 247
ГОСТ 5981—56 Банки жестяные для консервов 254
ГОСТ 1127—57 Жесть черная полированная 261
ГОСТ 5343—54 Жесть белая 266
ГОСТ 7530—55 Жесть белая рулонная горячего лужения 276

Редактор Н. В. Баужес Техн. редактор А. Е. Матвеева
Корректоры: О. И. Афанасьева, Г. А. Чеботарева

Стандартгиз. Подп. к печ. 17/IV 1958 г. 17,75 п. л. Тир. 15000

Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 528