

18287-81
Изд. 1



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**АЛЮМИНИЯ ГИДРАТ
ОКИСИ КОЛЛОИДНЫЙ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 18287-81

Издание официальное

РАЗРАБОТАН Министерством сельского хозяйства СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. П. Простяков, З. А. Агапова, С. И. Цыганкова, Т. Е. Ефимова

ВНЕСЕН Министерством сельского хозяйства СССР

Член Коллегии А. Д. Третьяков

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1981 г. № 2510

пробирки по ГОСТ 10515—75;
 пипетки вместимостью 1, 2, 10 см³ по ГОСТ 20292—74;
 кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 10%-ный раствор;
 барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 5%-ный раствор;
 воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
 образцовый раствор ион-сульфата, приготовленный в соответствии с действующими правилами.

3.9.2. Подготовка к испытанию

Навеску ГОА массой 2 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты и слегка нагревают. Приливают 30 см³ дистиллированной воды и продолжают нагревать до полного растворения ГОА. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят дистиллированной водой до метки и фильтруют. В полученном фильтрате определяют массовую долю сульфатов (см. п. 3.9.3) и железа (см. п. 3.10.2). Контролем для определения сульфатов служит образцовый раствор ион-сульфата А в разведении 1:25, содержащий 0,004% ион-сульфата.

3.9.3. Проведение испытания

Для проведения реакции на сульфаты в одну пробирку наливают 10 см³ фильтрата, в другую — 10 см³ разведенного образцового раствора. В каждую пробирку добавляют 0,5 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты и 1 см³ 5%-ного раствора хлористого бария. Смесь хорошо перемешивают. Помутнение в пробирке с исследуемым образцом через 10 мин не должно быть больше, чем в пробирке с образцовым раствором.

3.10. Определение массовой доли железа

3.10.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:
 аммоний роданистый, 5%-ный раствор или сульфосалициловую кислоту по ГОСТ 4478—78, 10%-ный раствор,
 аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор,
 образцовый раствор ион-железа, приготовленный в соответствии с действующими правилами.

3.10.2. Проведение испытания

Массовую долю железа определяют в том же фильтрате, в котором определяли сульфаты (см. п. 3.9.2). Контролем служит образцовый раствор ион-железа Б в разведении 1:5, содержащий 0,0006% ион-железа.

Для проведения реакции на железо в одну пробирку наливают 10 см³ фильтрата, в другую — 10 см³ разведенного образцового раствора. В пробирки добавляют по 1 см³ 5%-ного раствора роданистого аммония. Пробирки с раствором тщательно встряхивают и сравнивают появившееся окрашивание.

3.10.3. Вместо 5%-ного раствора роданистого аммония для реакции на железо можно использовать 10%-ный раствор сульфосалициловой кислоты в количестве 2 см³ и 1 см³ 10%-ного раствора аммиака. Окраску сравнивают через 5 мин после перемешивания.

3.10.4. Обработка результатов

Желтое окрашивание в пробирке с исследуемым образцом не должно быть интенсивнее, чем в пробирке с образцовым раствором.

3.11. Определение массовой доли аммиака

3.11.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

аппарат микро-Кельдаля (или аппарат Парнаса);

натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 30—40%-ный раствор и 0,01 н. раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 0,01 н. раствор;

метиловый красный по ГОСТ 5853—51;

метиленовый синий;

спирт этиловый по ГОСТ 5962—67 или спирт метиловый;

индикатор смешанный;

кислоту борную, 2%-ный раствор, подтитрованный по смешанному индикатору.

3.11.2. Подготовка к испытанию

3.11.2.1. Приготовление смешанного индикатора

Берут 0,1 г метилового красного и 0,05 г метиленового синего на 100 см³ этилового или метилового спирта.

3.11.2.2. Приготовление 2%-ного раствора борной кислоты

Для приготовления 2%-ного раствора борной кислоты навеску перекристаллизованной борной кислоты массой 20 г растворяют в 1 л дистиллированной воды. Полученный раствор подтитровывают по смешанному индикатору. Для этого к 5 см³ 2%-ного раствора борной кислоты добавляют 2 капли смешанного индикатора. При этом раствор кислоты должен приобрести серо-голубую окраску. Если появляется зеленая или винно-красная окраска, раствор борной кислоты подтитровывают: при появлении зелено-желтой окраски — 0,01 н. серной кислотой, винно-красной — 0,01 н. щелочью. К общему количеству приготовленного раствора борной кислоты соответственно добавляют нужное количество 0,01 н. кислоты или щелочи.

3.11.3. Проведение испытания

Для определения аммиака в отгонную колбу аппарата микро-Кельдаля (или аппарата Парнаса) вносят 5 см³ ГОА коллоидного. Стенки колбы обмывают 2 см³ дистиллированной воды. Перед началом отгонки аммиака добавляют 5 см³ 30—40%-ной NaOH.

В приемную колбу аппарата наливают 5 см³ 2%-ной оттитрованной борной кислоты и 3—4 капли смешанного индикатора. Перегонку ведут не менее 10 мин. За это время объем жидкости в приемнике увеличивается приблизительно до 75 см³. Затем холодильник смывают водой и содержимое приемной колбы титруют 0,01 н. серной кислотой до перехода зеленого окрашивания в серо-голубое.

Параллельно каждому опыту ставят контрольный. Для этого в отгонную колбу вместо ГОА наливают 7 см³ дистиллированной воды и отгонку ведут так же, как и исследуемого образца.

3.11.4. Обработка результатов

Массовую долю аммиака в ГОА (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(VK - V_1K) \cdot 0,17 \cdot 100}{5 \cdot 1000} ,$$

где V — объем 0,01 н. серной кислоты, израсходованный на титрование пробы, см³;

K — поправка к титру 0,01 н. серной кислоты;

V_1 — объем 0,01 н. серной кислоты, израсходованный на титрование контроля (воды), см³;

0,17 — масса аммиака, эквивалентная 1 см³ 0,01 н. серной кислоты, мг;

5 — объем ГОА, взятый на исследование, см³;

1000 — пересчет миллиграммов в граммы.

3.12. Определение массовой доли солей тяжелых металлов

3.12.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,01 г; элемент нагрева (плитку, горелку);

тигли фарфоровые;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 10%-ный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 10%-ный раствор;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, 10%-ный раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

натрий сернистый, насыщенный раствор;

образцовый раствор ион-свинца, приготовленный в соответствии с действующими правилами.

3.12.2. Подготовка к испытанию

В фарфоровый тигель помещают навеску ГОА коллоидного мас-сой 7,1 г и растворяют ее при нагревании в 10 см³ 10%-ного раствора серной кислоты, а затем выпаривают до начала выделения белых паров. Остаток растворяют в 5 см³ дистиллированной воды и осторожно, по каплям нейтрализуют 10%-ным раствором аммиака до слабокислой реакции (по универсальной индикаторной бумаге), раствор фильтруют и доливают дистиллированной водой до 10 см³. В полученном растворе определяют соли тяжелых метал-

лов. Контролем является образцовый раствор ион-свинца А в разведении 1,4 см³ до 100 см³, содержащий 0,0007% ион-свинца.

3.12.3. Проведение испытания

Для проведения реакции на соли тяжелых металлов в одну пробирку наливают 10 см³ фильтрата, в другую — 10 см³ разведенного образцового раствора ион-свинца. В пробирки добавляют по 1 см³ 10%-ного раствора уксусной кислоты и 1—2 капли насыщенного раствора сернистого натрия. Растворы в пробирках хорошо перемешивают и через 1 мин сравнивают появившуюся окраску, наблюдая ее по оси пробирки. Окраска в пробирке с исследуемым образцом не должна быть интенсивнее, чем в пробирке с образцовым раствором.

3.13. Определение массовой доли механических примесей

3.13.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,01 г; элемент нагрева (плитку, горелку);

тигли фарфоровые;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 10%-ный раствор.

3.13.2. Проведение испытания

В фарфоровый тигель помещают навеску ГОА коллоидного массой 6—7 г, заливают 15 см³ 10%-ной серной кислоты и растворяют при нагревании. Полученный раствор должен быть прозрачным или слегка опалесцирующим, без темного осадка или отдельных включений.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. ГОА коллоидный фасуют в стеклянные и полизиленовые бутыли (баллоны) вместимостью (20±0,5) л и полизиленовые канистры вместимостью (20±0,5) и (10±0,2) л.

4.2. Бутыли закрывают корковыми или резиновыми пробками с пергаментной прокладкой. Пробки сверху парафинируют и завязывают бумагой. Канистры закрывают завинчивающимися полизиленовыми пробками.

4.3. На бутыль или канистру должна быть наклеена бумажная этикетка с указанием:

наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;

наименования препарата;

номера партии;

номера госконтроля;

даты изготовления;

массы нетто;

условий хранения;

срока годности;

обозначения настоящего стандарта.

4.4. Стеклянные бутыли с ГОА должны быть упакованы в корзины с древесной стружкой, обеспечивающие целостность препарата.

4.5. Внутрь каждой корзины вкладывают упаковочный лист с указанием:

- наименования препарата;
- массы нетто и брутто;
- номера партии;
- даты упаковки;
- фамилии или номера упаковщика;
- обозначения настоящего стандарта.

4.6. Каждую транспортную единицу маркируют по ГОСТ 14192—77 с указанием следующих дополнительных данных:

- наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;
- наименования препарата;
- номера партии;
- массы нетто;
- даты изготовления;
- условий хранения;
- срока годности;
- обозначения настоящего стандарта.

На каждый ящик наносят манипуляционный знак: «Осторожно, хрупкое!».

4.7. Транспортируют ГОА коллоидный всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, при температуре 8—25°C.

4.8. ГОА коллоидный хранят в чистом, сухом и темном помещении при температуре 8—25°C.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие ГОА коллоидного требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения ГОА коллоидного — 1 год со дня изготовления.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ БЕЛКА-КАЗЕИНА ПО МЕТОДУ
ЛОУРИ**

1. Приготовление реагента А

Навеску углекислого натрия массой 2 г, взвешенную с погрешностью не более 0,02 г, растворяют в 100 см³ 0,1 н. щелочи (NaOH). Если раствор мутный, то перед определением его надо профильтровать.

2. Приготовление реагента В

Навеску сернокислой меди массой 0,5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,02 г, растворяют в 100 см³ 1%-ного раствора двузамещенного виннокислого натрия или калия. Если раствор мутный, то перед определением его надо профильтровать.

3. Приготовление реагента С

Реактив готовят непосредственно перед определением смешиванием 50 частей реактива А и 1 части реактива В.

4. Приготовление реагента Д

Реактив Д (реактив Фолина) готовят в круглодонной вместимостью 1 л колбе из огнеупорного стекла с обратным холодильником. В колбу помещают 100 г вольфрамоокислого натрия и 25 г молибденоокислого натрия и добавляют для растворения соли 700 см³ дистиллированной воды. После полного растворения солей в колбу добавляют 50 см³ 85%-ной фосфорной кислоты и 100 см³ концентрированной соляной кислоты. Содержимое колбы осторожно но хорошо перемешивают. К колбе присоединяют обратный холодильник и смесь кипятят (не слишком сильно) в течение 10 ч. Кипячение можно вести с перерывом, но учитывают лишь период кипения.

После окончания кипения в смесь добавляют 150 г сернокислого лиция, 50 см³ дистиллированной воды и 5 капель брома (осторожно, под тягой). Для удаления излишка брома раствор кипятят 15 мин без холодильника под тягой. После охлаждения готовый раствор доводят в мерной колбе до 1 л, фильтруют через бумажный фильтр и хранят в темной склянке с притертой пробкой в темном месте.

Реактив Д должен быть соломенно-желтого цвета без зеленого оттенка. В реактиве необходимо определить концентрацию кислоты.

Для этого часть реактива Д разводят дистиллированной водой 1:10 (1 см³ реактива и 9 см³ воды) и титруют 0,1 н. раствором NaOH по фенолфталеину (3—4 капли).

5. Приготовление реагента Е

Реактивом Е является реактив Д, разведенный до 1 н. раствора. Например, если реактив Д является 2,3 н. раствором кислоты, то для приготовления 1 н. раствора Е надо брать 10 см³ реактива Д и 13 см³ дистиллированной воды.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
*Обязательное***ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
БЕЛКА-КАЗЕИНА С РЕАКТИВОМ Д (РЕАКТИВОМ ФОЛИНА)**

Готовят ряд растворов, содержащих от 0,01 до 0,1% казеина, с которыми ставят цветную реакцию с реагентом Фолина. Для этого в пробирку берут 1 см³ раствора казеина, добавляют 5 см³ реагента С, перемешивают и через 10 мин добавляют 0,5 см³ раствора реагента Е.

Одновременно ставят контроль на реагенты, для чего вместо раствора казеина берут 1 см³ воды и добавляют те же реагенты, что и в образце. Смеси хорошо перемешивают и ставят в темное место на 30—40 мин.

Интенсивность окраски измеряют на фотометре при длине волн 625—700 нм (красный светофильтр) против воды в кюветах на 5 мм. Из оптической плотности растворов с казеином вычитают оптическую плотность контроля на реагенты и полученную величину откладывают на оси ординат. По оси абсцисс откладывают концентрацию казеина в растворе в процентах.

Изменение № 1 ГОСТ 18287—81 Алюминий гидрат окиси коллоидный. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.03.87 № 1072

Дата введения 01.09.87

Пункты 2.2, 2.5. Заменить слова: «Министерства сельского хозяйства СССР», на «Госагропрома СССР».

Пункт 2.3. Заменить слова: «или канистр» на «канистр или фляг».

Пункт 3.1.1. Заменить слова: «или канистры» на «канистры или фляги».

(Продолжение с. с. 274)

(Продолжение изменений к ГОСТ 18287—81)

Пункты 3.5.1, 3.9.1. Заменить ссылку: ГОСТ 10575—75 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.7.1. Заменить ссылку: ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 3.8.1. Последний абзац. Заменить слова: «действующими правилами» на ГОСТ 10671.7—74..

Пункт 3.9.1. Последний абзац. Заменить слова: «действующими правилами» на ГОСТ 10555—75.

Пункт 3.11.1. Исключить ссылку: ГОСТ 5853—51.

Пункт 3.12.1. Последний абзац. Заменить слова: «действующими правилами» на ГОСТ 17319—76.

(Продолжение см. с. 275)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18287—81)

Пункт 4.1 дополнить словами: «и фляги металлические для молока вместимостью (35±3) л по ГОСТ 5037—78».

Пункт 4.3. Заменить слова: «или канистру» на «канистру или флягу».

(Продолжение см. с. 276)

ГОСТ**18287—81****АЛЮМИНИЯ ГИДРАТ
окиси коллоидный****Технические условия**Colloid Aluminum Hydroxide.
Specifications

Взамен

ГОСТ 18287—72

ОКП 21 3320

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1981 г. № 2510 срок действия установлен

с 01.07. 1982 г.

до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на гидрат окиси алюминия (ГОА) коллоидный — $\text{Al}(\text{OH})_3$, предназначенный для депонирования и адсорбции белка, токсинов, бактерийных и вирусных суспензий при изготовлении вакцин, используемых в ветеринарии.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. ГОА коллоидный должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологии, утвержденной в установленном порядке.

1.2. ГОА коллоидный по физико-химическим показателям должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

(Продолжение изменения к ГОСТ 18287—81)

Пункт 4.5 исключить.

Пункт 4.6. Заменить слова: «каждый ящик» на «каждую корзину».

(ИУС № 7 (1987 г.)

Редактор Н. Е. Шестакова

Технический редактор А. Г. Каширин

Корректор Г. М. Фролова

Сдано в наб. 02.06.81 Подп. к печ. 21.08.81 1,0 з. а. 1,0 уч-зда. ж. Тир. 12000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 266 Зак. 1512

Наименование показателя	Характеристика и норма
Внешний вид	Молочно-белая студенистая масса типа геля. При длительном стоянии образуется прозрачная надосадочная жидкость
Вкус, запах	Без вкуса и запаха
Подлинность	В реакции с азотноокислым кобальтом осадок должен окрашиваться в синий цвет
Массовая доля $\text{Al}(\text{OH})_3$, %	6—7
Адсорбционная емкость по казеину, %, не менее	64
Оседаемость	Осадок из 25 см ³ 0,4%-ного раствора суспензии $\text{Al}(\text{OH})_3$ через 18 ч должен занимать в цилиндре объем 3,0—4,5 см ³
Концентрация водородных ионов (рН)	6,9—7,5
Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,1
Массовая доля сульфатов (SO_4), %, не более	0,1
Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,015
Массовая доля аммиака (NH_3), %, не более	0,01
Массовая доля солей тяжелых металлов, %, не более	0,001
Наличие механических примесей	Не допускается

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. ГОА коллоидный принимают партиями. Под партией понимают любое количество ГОА, изготовленное за один технологический цикл и оформленное одним документом о качестве с указанием:

- наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;
- номера партии;
- номера госконтроля;
- наименования препарата;
- результатов анализа по показателям, установленным настоящим стандартом;
- массы нетто;
- даты выработки;
- номера и даты выдачи документа о качестве;
- обозначения настоящего стандарта.

2.2. Каждая партия ГОА должна быть принята государственным контролером Всесоюзного государственного научно-контрольного института ветеринарных препаратов Министерства сельского хозяйства СССР.

2.3. Для контроля качества ГОА коллоидного от партии отбирают 3% бутылей (баллонов) или канистр из разных мест партии, но не менее 5 шт.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному показателю по нему проводят повторные испытания на удвоенном количестве препарата, отобранного от той же выборки.

2.5. Контроль качества препарата по требованию потребителя проводит Всесоюзный государственный научно-контрольный институт ветеринарных препаратов Министерства сельского хозяйства СССР.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Метод отбора проб

3.1.1. От каждой отобранный бутыли (баллона) или канистры отбирают точечную пробу.

3.1.2. Точечные пробы соединяют вместе и составляют объединенную пробу не менее 1 л. Объединенную пробу тщательно перемешивают и 0,5 л используют для испытаний, а 0,5 л оставляют в архиве государственного контролера, расфасовав во флаконы вместимостью по 200 см³. Флаконы закрывают резиновой пробкой с металлическим колпачком и парафинируют. Каждый флакон, предназначенный для хранения, должен иметь штамп с отметкой «архив».

3.1.3. На флаконы с пробами ГОА коллоидного наклеивают этикетки с указанием:

наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;
наименования препарата;
даты изготовления;
номера партии;
даты взятия пробы;
обозначения настоящего стандарта.

3.2. Внешний вид, вкус, запах ГОА коллоидного определяют органолептически.

3.3. Определение подлинности

3.3.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

тигли фарфоровые;

элемент нагрева (плитку или сушильный шкаф);

печь муфельную;

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74;

cobальт азотнокислый по ГОСТ 4528—78, 10%-ный раствор.

3.3.2. Проведение испытания

0,5 см³ ГОА коллоидного помещают в тигель, смешивают с

1 см³ 10%-ного раствора азотнокислого кобальта. Тигель с навеской после подсушивания на плитке или в сушильном шкафу прокаливают в муфельной печи 2 ч при 600—900°C.

3.3.3. Обработка результатов

Окрашивание остатка в синий цвет указывает на подлинность препарата (реакция качественная).

3.4. Определение массовой доли сухого гидрата окиси алюминия в коллоидном препарате

3.4.1. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

весы аналитические;

элемент нагрева (плитку или сушильный шкаф);

печь муфельную;

тигли фарфоровые.

3.4.2. Проведение испытания

Навеску ГОА коллоидного массой 5—7 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы. Тигель с навеской после подсушки на плитке или в сушильном шкафу прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при 900°C.

3.4.3. Обработка результатов

Массовую долю гидрата окиси алюминия в ГОА коллоидном (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - 1,5295 \cdot 100}{m} \cdot 100$$

где m_1 — масса золы (Al_2O_3) после прокаливания, г;

1,5295 — коэффициент для пересчета Al_2O_3 в $\text{Al}(\text{OH})_3$;

m — масса навески ГОА коллоидного до прокаливания, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

3.5. Определение адсорбционной емкости ГОА коллоидного по казеину

3.5.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

фотоэлектроколориметр;

pH-метр;

центрифугу с частотой вращения 3000 об/мин;

баню водянью;

весы аналитические;

колбы конические вместимостью 50, 100, 350 см³ по ГОСТ 1770—74;

ступку фарфоровую;

пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—75;

папиетки мерные по ГОСТ 20292—74;
 фильтры бумажные;
 натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор;
 кислоту соляную концентрированную по ГОСТ 3118—77, 0,1 н.
 раствор;
 хлороформ по ГОСТ 20015—74;
 казеин уксуснокислый, бактериологический;
 натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;
 медь сернокислую по ГОСТ 4165—78;
 калий виннокислый по ГОСТ 3655—77 или натрий виннокислый
 2-водный по ГОСТ 3656—78, 1%-ный раствор;
 натрий вольфрамокислый по ГОСТ 18289—78;
 кислоту ортофосфорную, 85%-ный раствор;
 литий сернокислый 1-водный по ГОСТ 10563—76;
 бром по ГОСТ 4109—79;
 воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

3.5.2. Подготовка к испытанию

3.5.2.1. Приготовление 0,3%-ного раствора белка-казеина

Навеску казеина, растертого до порошка, массой 2 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, смешивают в ступке с 16 см³ 0,1 н. натрия гидрата окиси и растирают до получения однородной массы. Полученную массу переносят в колбу с 16 см³ дистиллированной воды и прогревают при помешивании в течение 1 ч при 50°C на водяной бане, охлаждают и доводят дистиллированной водой до 300 см³. Измеряют pH раствора и осторожно, добавляя по каплям 0,1 н. щелочь или 0,1 н. кислоту, доводят pH до 8,0—8,3.

Объем раствора казеина с pH 8,0—8,3 доводят дистиллированной водой до 320 см³ и центрифугируют 20 мин при 3000 об/мин. После центрифугирования раствор казеина должен слегка опалесцировать. Если раствор мутный, его осветляют, добавляя 1,0 см³ хлороформа и встряхивая в течение 5 мин при комнатной температуре, после чего вновь центрифугируют.

В приготовленном растворе определяют концентрацию белка-казеина по Лоури (см. обязательное приложение 1). Для определения раствор разводят 1:10 (1,0 см³ раствора и 9,0 см³ дистиллированной воды) и берут в пробирку 1 см³, добавляют 5 см³ реактива С, перемешивают и через 10 мин добавляют 0,5 см³ реактива Е.

Одновременно ставят контроль на реактивы, для чего вместо раствора казеина берут 1 см³ воды и добавляют те же реактивы, что и в образец. Смеси хорошо перемешивают и ставят в темное место на 30—40 мин.

Интенсивность окраски измеряют на фотозлектроколориметре при длине волн 625—700 нм (красный светофильтр) против воды в кюветах с рабочей длиной 5 мм. Из величины оптической плотности испытуемого образца вычитают величину оптической плотности контроля на реактивы и по полученным значениям, с

помощью заранее построенного калибровочного графика (см. обязательное приложение 2) определяют содержание белка-казеина в растворе, учитывая разведение 1:10. Затем раствор казеина разводят дистиллированной водой до концентрации белка $(0,3 \pm 0,01)\%$.

Готовый 0,3%-ный раствор белка-казеина хранят при 4°C не более 2 сут.

3.5.2.2. Приготовление 1%-ного раствора Al_2O_3

Массу ГОА коллоидного (X_1) в граммах, которая необходима для приготовления 100 см^3 1%-ного раствора Al_2O_3 , вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{100 \cdot 1,5295}{m},$$

где 1,5295 — коэффициент для перерасчета Al_2O_3 в $\text{Al}(\text{OH})_3$;

100 — объем приготавляемого раствора, см^3 ;

m — массовая доля $\text{Al}(\text{OH})_3$ в ГОА, %.

Для приготовления 100 см^3 1%-ного раствора Al_2O_3 навеску ГОА (X_1), взвешенную с погрешностью не более 0,001 г, доводят дистиллированной водой до 100 см^3 и хорошо перемешивают.

3.5.3. Проведение испытания

В четыре колбочки вместимостью по 50 см^3 наливают по 20 см^3 0,3%-ного раствора казеина.

В две колбочки для определения адсорбционной емкости ГОА коллоидного добавляют по 5 мл 1%-ного раствора Al_2O_3 , а в две другие для определения содержания казеина в разведении до адсорбции вместо суспензии Al_2O_3 добавляют по 5 см^3 дистиллированной воды.

Все колбочки со смесью помещают на 1 ч в водянную баню с температурой 25°C . Содержимое колбочек встряхивают через каждые 5 мин.

Через 1 ч содержимое колбочек центрифугируют 20 мин при 3000 об/мин или фильтруют через бумажные фильтры. В прозрачном центрифугате (или фильтрате) определяют содержание казеина по методу Лоури. Для определения казеина в пробирку наливают 1 см^3 разведенного 1:5 центрифугата, добавляют 5 см^3 реактива С, перемешивают и через 10 мин добавляют $0,5 \text{ см}^3$ реактива Е.

Одновременно ставят контроль на реактивы, для чего вместо центрифугата берут 1 см^3 воды и добавляют те же реактивы, что и в образец. Смесь хорошо перемешивают и ставят в темное место на 30—40 мин.

Интенсивность окраски измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волн 625—700 нм (красный светофильтр) против воды в кюветах с рабочей длиной 5 мм. Из величины оптической плотности испытуемого образца вычитывают величину оптической плотности контроля на реактивы и по полученным значениям с помощью

заранее построенного калибровочного графика (см. обязательное приложение 2) определяют содержание казеина в пробах.

При окончательном расчете массовой доли казеина в центрифуге учитывают его разведение (1:5).

3.5.4. Обработка результатов

Адсорбционную емкость ГОА коллоидного (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = 100 \cdot \frac{100 \cdot \kappa_1}{m} ,$$

где m — массовая доля казеина в пробе после адсорбции, %;

m — массовая доля казеина в пробе до адсорбции, %;

100 — исходная масса белка в растворе казеина, принятая за 100%.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5%.

3.6. Определение оседаемости

3.6.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:
весы технические;

цилиндры мерные вместимостью 25 см³;

колбы конические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770—74;

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

3.6.2. Подготовка к испытанию

3.6.2.1. Приготовление 0,4%-ного раствора Al(OH)₃

Массу ГОА коллоидного (X_3) в граммах с известным содержанием Al(OH)₃, которая необходима для приготовления 100 мл 0,4%-ного раствора, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{100 \cdot 0,4}{m} ,$$

где 0,4 — массовая доля Al(OH)₃ в приготавляемом растворе, %;

100 — объем приготавляемой суспензии, см³;

m — массовая доля Al(OH)₃ в исследуемом препарате ГОА, %.

Для приготовления 100 см³ 0,4%-ного раствора навеску, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, доводят дистиллированной водой до 100 см³ и устанавливают pH 7,2, добавляя по каплям 0,1 н. раствор щелочи или 0,1 н. раствор кислоты.

3.6.3. Проведение испытания

Готовый раствор наливают по 25 см³ в цилиндры и оставляют при комнатной температуре для отстаивания на 18 ч

3.7. Определение концентрации водородных ионов (рН)

3.7.1. Аппаратура

Для проведения испытания применяют:

рН-метр;

стаканы лабораторные по ГОСТ 10394—72.

3.7.2. Проведение испытания

Концентрацию водородных ионов (рН) проводят в соответствии с правилами, прилагаемыми к рН-метру, в неразведенном ГОА коллоидном.

3.8. Определение массовой доли хлоридов

3.8.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

элемент нагрева (плитку, горелку);

весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,01 г;

пипетки вместимостью 1, 2, 10 см³ по ГОСТ 20292—74;

колбы конические;

колбы мерные вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770—74;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, 10%-ный раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 5%-ный раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

образцовый раствор ион-хлора, приготовленный в соответствии с действующими правилами.

3.8.2. Подготовка к испытанию

Навеску ГОА массой 2 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую колбу, прибавляют 5 см³ дистиллированной воды, 10 см³ 10%-ного раствора азотной кислоты и нагревают до полного растворения.

После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и фильтруют. Полученный фильтрат используют для определения хлоридов. Контролем служит образцовый раствор ион-хлора А в разведении 1:20, содержащий 0,002% ион-хлора.

3.8.3. Проведение испытания

Для проведения реакции на хлориды в одну пробирку наливают 10 см³ фильтрата, в другую — 10 см³ разведенного образцового раствора. Затем в пробирки одновременно доливают по 0,5 см³ 10%-ного раствора азотной кислоты и по 0,5 см³ 5%-ного раствора азотнокислого серебра. Опалесценция в пробирке с исследуемым образцом через 5 мин не должна быть больше, чем в пробирке с образцовым раствором.

3.9. Определение массовой доли сульфатов

3.9.1. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,01 г;

колбы конические;

колбы мерные вместимостью 50, 100 см³ по ГОСТ 1770—74;