ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51430— 99

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора

(EN 1136:1994, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 585-ст

3 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта ЕН 1136:1994 «Соки фруктовые и овощные. Определение содержания фосфора. Спектрометрический метод» (EN 1136:1994 «Fruit and vegetable juices — Determination of phosphorus content — Spectrometric method», NEQ)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора

Fruit and vegetable juices. Spectrophotometric method for determination of phosphorus content

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает спектрофотометрический метод определения содержания (массовой концентрации и массовой доли) фосфора.

Диапазон определения массовой концентрации (массовой доли) фосфора — от 20 до 350 мг/дм^3 (мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4172 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 26313 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированнные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 33276 Продукция соковая. Метод определения относительной плотности

ГОСТ 33946 Продукция соковая. Гравиметрический метод определения массовой доли золы

ГОСТ Р 52501 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана

Издание официальное

датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на проведении реакции фосфата с молибдатом в кислой среде с образованием молибдатофосфорного комплекса, последующем его избирательном восстановлении до молибденового голубого в присутствии аскорбиновой кислоты и спектрофотометрическим измерении оптической плотности окрашенного раствора, прямо пропорциональной содержанию фосфора в пробе.

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 50 г, 1-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 4-го класса точности.

Спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 720 нм, с допустимой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 %; кюветы стеклянные или кварцевые рабочей длиной 10 мм.

Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, исполнения 2, вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 29227, типа 2, исполнения 1, 1-го класса точности вместимостью 1, 10 и 25 $см^3$.

Дозаторы пипеточные [1] переменного объема дозирования 0,005—0,040 $см^3$ и 0,040—0,200 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ±1 %.

Баня водяная.

Аммоний молибденовокислый 4-водный (гептамолибдат аммония) по ГОСТ 3765, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., раствор молярной концентрации c (HCl) = 2 моль/$дм^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор молярной концентрации c (H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$.

Кислота аскорбиновая, растворы массовой концентрации 3,53 г/$дм^3$ и 10 г/$дм^3$ (готовят в день использования).

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х.ч.

Вода по ГОСТ Р 52501, категории 2.

Допускается использование других средств измерений, реактивов и материалов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

5.2 Подготовка проб к испытаниям — по ГОСТ 26671.

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Относительную плотность разбавленной пробы определяют по ГОСТ 33276 и найденное значение указывают в протоколе испытаний.

6 Подготовка к проведению испытаний

Для приготовления растворов, используемых при проведении испытаний, применяют только воду для лабораторного анализа категории 2 по ГОСТ Р 52501.

6.1 Приготовление раствора гептамолибдата аммония

Навеску гептамолибдата аммония массой 2 г растворяют в 60 $см^3$ воды при температуре 60 °С. Раствор охлаждают до температуры 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят

водой до отметки. Срок годности полученного раствора 15 сут при хранении в защищенном от света месте.

6.2 Приготовление основного раствора фосфора

Навеску двузамещенного 12-водного фосфата натрия массой 11,5627 г переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. В колбу вносят 100 см^3 воды, добиваются полного растворения кристаллов соли, после чего объем содержимого доводят водой до отметки. Получают основной раствор фосфора массовой концентрации 1,00 г/дм^3. Срок годности полученного раствора — 1 мес.

7 Проведение испытаний

7.1 Приготовление раствора пробы

Проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 см^3 (при испытании соков с высоким содержанием мякоти — массой 25 г) минерализуют по ГОСТ 33946. Золу растворяют в 2—3 см^3 раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят объем содержимого колбы водой до отметки.

7.2 Приготовление растворов для спектрофотометрического анализа

Для спектрофотометрического анализа готовят градуировочные растворы и растворы пробы.

При проведении испытаний настоящим методом закон Ламберта—Бера соблюдается для массовых концентраций фосфора от 0,1 до 1,5 мг/дм^3.

Для приготовления градуировочных растворов указанного выше диапазона массовых концентраций фосфора в мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипеточным дозатором вносят от 0,01 до 0,15 см^3 основного раствора фосфора.

Для приготовления раствора пробы в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят аликвоту раствора минерализованной пробы. Объем аликвоты рассчитывают по разделу 8, исходя из предполагаемого содержания фосфора в соке и диапазона массовых концентраций фосфора в градуировочных растворах.

Содержимое колб для градуировочных растворов и для растворов пробы доводят водой примерно до половины объема. В колбы последовательно вносят 20 см^3 раствора серной кислоты концентрации 1 моль/дм^3, 4,0 см^3 раствора гептамолибдата аммония и 2,0 см^3 раствора аскорбиновой кислоты концентрации 3,53 г/дм^3 — при испытаниях фруктовых соков и 10 г/дм^3 — при испытаниях овощных соков, предположительно содержащих нитраты, способные влиять на ход реакции. Колбы с содержимым выдерживают на кипящей водяной бане в открытом состоянии в течение 15 мин, после чего охлаждают до комнатной температуры и объем содержимого доводят водой до отметки.

7.3 Спектрофотометрический анализ

Измеряют оптическую плотность градуировочных растворов и раствора пробы на спектрофотометре при длине волны 720 нм в кюветах рабочей длиной 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Оптическая плотность исследуемых растворов стабильна в течение 3 ч.

Анализ градуировочных растворов проводят непосредственно перед анализом каждой серии растворов проб.

8 Обработка и оформление результатов

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массовой концентрации фосфора в градуировочных растворах.

По градуировочному графику находят значение массовой концентрации фосфора в растворе пробы, соответствующее измеренной оптической плотности раствора пробы.

Массовую концентрацию фосфора в пробе x_1, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{cV_1V_2}{V_3V_4}, \qquad (1)$$

где c — массовая концентрация фосфора в растворе пробы для спектрофотометрического анализа, определенная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем приготовленного по 7.2 раствора пробы для спектрофотометрического анализа, см^3;

V_2 — объем раствора минерализованной пробы по 7,1, см^3;

V_3 — объем аликвоты раствора минерализованной пробы, взятой для приготовления раствора для спектрофотометрического анализа, см^3;

V_4 — объем пробы продукта, взятый для минерализации, см^3.

Массовую долю фосфора в пробе x_2, мг/кг, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{cV_1V_2}{V_3m}, \qquad (2)$$

где m — масса навески пробы, взятой для минерализации, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, выполненных одним оператором при анализе одной и той же пробы, с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, в течение возможно минимального интервала времени, не должно превышать норматива оперативного контроля сходимости 4,7 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораторных при анализе одной и той же пробы, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости 14 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения массовой концентрации (массовой доли) фосфора при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают ±10 % (P = 0,95).

При необходимости массовую концентрацию или массовую долю фосфора пересчитывают в массовую концентрацию или массовую долю фосфатов умножением на 3,066.

В протоколе испытаний указывают:

- информацию, необходимую для идентификации исследуемого продукта (вид продукта, происхождение, шифр);
- ссылку на настоящий стандарт;
- дату и способ отбора проб (по возможности);
- дату получения пробы для испытаний;
- дату проведения испытаний;
- результаты испытаний с указанием погрешности и единицы измерений;
- соблюдение норматива контроля сходимости результатов;
- особенности проведения испытаний (разведение концентрированной пробы, относительную плотность разведенной пробы и пр.);
- отклонения условий проведения испытаний от описанных в настоящем стандарте, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 64-13329—81 Дозаторы пипеточные

УДК 664.863.001.4:006.354 ОКС 67.160.20 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, фосфор, определение содержания, спектрофотометрический метод

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.08.2018. Подписано в печать 24.08.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93 Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru