ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО

Спектрометрический метод определения массовой доли общего фосфора

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ГУ ВНИМИ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 186 «Молоко и молочные продукты»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 628-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 9874—92 «Молоко. Определение содержания общего фосфора. Метод с использованием молекулярно-абсорбционной спектрометрии»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008
Переиздание (по состоянию на сентябрь 2008 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО

Спектрометрический метод определения массовой доли общего фосфора

Milk.
Spectrometric method for determination of total phosphorus content

Дата введения: 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический метод определения массовой доли общего фосфора в молоке.

2 Нормативные ссылки[1)]

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ИСО 707—97* Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб

3 Определение

3.1 В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

массовая доля общего фосфора: Массовая доля общего фосфора в молоке, измеренная по установленному данным стандартом методу и выраженная в процентах.

* Действует до введения в действие ГОСТ Р,разработанного на основе соответствующего ИСО.

Издание официальное

[1)] См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 6).

4 Сущность метода

Метод основан на полном разрушении органических веществ пробы молока под действием серной кислоты и пероксида водорода (мокрая минерализация) или под действием высокой температуры (сухая минерализация), добавлении раствора молибдата натрия в аскорбиновой кислоте, спектрометрическом измерении оптической плотности образовавшегося молибденового голубого при длине волны 820 нм и определении массовой доли общего фосфора в молоке по градуировочному графику.

5 Реактивы

При проведении измерений используют химически чистые или чистые для анализа реактивы.

Используемая вода должна быть дистиллированной по ГОСТ 6709 или деионизированной, свободной от фосфорсодержащих соединений.

5.1 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204, плотностью при 20°С 1,84 г/см^3, раствор концентрации c (H_2SO_4) = 18 моль/дм^3.

5.2 Раствор серной кислоты концентрации c (H_2SO_4) = 5 моль/дм^3

Осторожно добавляют 278 см^3 концентрированной серной кислоты по ГОСТ 4204 к 722 см^3 воды, постоянно перемешивая раствор.

5.3 Раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (предназначен для проведения сухой минерализации)

Разбавляют 83 см^3 концентрированной соляной кислоты по ГОСТ 3118 плотностью при 20°С 1,19 г/см^3 до 1000 см^3 водой.

5.4 Раствор пероксида водорода по ГОСТ 10929 концентрации c (H_2O_2) = 9 моль/дм^3, свободный от фосфорсодержащих соединений.

5.5 Раствор молибдата натрия концентрации c (Na_2MoO_4) = 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2,5 г дигидрата молибдата натрия (массовая доля основного вещества в молибдате c_1 — не менее 99,5 %, нерастворимых веществ — не более 0,005 % и фосфатов — не более 5 млн$^{-1}$), приливают раствор серной кислоты (5.2) до растворения кристаллов, перемешивают и затем доводят объем раствора в колбе до метки кислотой.

5.6 Раствор аскорбиновой кислоты концентрации c ($C_6H_8O_6$) = 0,25 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 г аскорбиновой кислоты [1]. Для растворения аскорбиновой кислоты приливают воду до растворения кристаллов, перемешивают и затем доводят объем раствора в колбе до метки водой.

Раствор используют свежеприготовленным.

5.7 Раствор молибдата в аскорбиновой кислоте

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и добавляют 25 см^3 раствора молибдата натрия, перемешивают и затем доводят объем раствора в колбе до метки водой. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

5.8 Стандартный раствор А

В эксикаторе сушат не менее 48 ч около 1 г однозамещенного фосфорнокислого калия (KH_2PO_4) по ГОСТ 4198. 0,4394 г сухого фосфата помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора в колбе до метки водой.

Концентрация фосфора в растворе А составляет 100 мг/дм^3.

5.9 Стандартный раствор Б

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 приливают пипеткой 10 см^3 стандартного раствора А и доводят объем раствора в колбе до метки водой.

Концентрация фосфора в растворе Б составляет 10 мг/дм^3.

6 Аппаратура

Вся стеклянная посуда перед употреблением должна быть тщательно промыта моющим средством, не содержащим фосфор, и затем водой.

6.1 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, пределом взвешивания 200 г.

6.2 Баня водяная, позволяющая проводить испытания при 100 °С.

6.3 Шкаф сушильный, позволяющий проводить испытания при 100 °С.

6.4 Плитка электрическая.

6.5 Колба для минерализации (колба Кьельдаля) по ГОСТ 25336 или пробирки для испытаний вместимостью 50 $см^3$.

6.6 Шарики стеклянные диаметром 5 мм.

6.7 Тигель, изготовленный из платины или кварца по ГОСТ 19908, диаметром 55 мм и подходящее часовое стекло.

6.8 Печь муфельная электрическая с циркуляцией воздуха, позволяющая проводить испытания при температуре от 500 до 550 °С.

6.9 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, 2-го класса точности, вместимостью 5 и 25 $см^3$.

6.10 Колбы мерные с одной отметкой по ГОСТ 1770, 2-го класса точности, вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$.

6.11 Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169, 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ или пипетки градуированные по ГОСТ 29227, 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$.

6.12 Спектрометр молекулярно-абсорбционный, позволяющий проводить измерения при длине волны 820 нм, допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания ±1 %, оснащенный кюветой длиной оптического пути 10 мм.

6.13 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 средней фильтрации марки ФС типа II или фильтры обеззоленные с белой лентой диаметром 11 см.

6.14 Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий подходящий осушающий агент.

6.15 Термометр лабораторный жидкостный нертутный по ГОСТ 28498, ценой деления 0,5 °С и диапазоном измерений от 0 до 150 °С.

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб и подготовка их к анализу — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ИСО 707.

7.2 Пробу хранят в условиях, предотвращающих ее порчу и изменение состава.

8 Порядок подготовки к проведению измерений

Пробу молока нагревают до температуры (20±2) °С и тщательно перемешивают. Если при этом не удалось получить равномерное распределение жира, то перед отбором образца для анализа пробу медленно нагревают до температуры 40 °С, осторожно перемешивают и охлаждают до (20±2) °С.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Метод мокрой минерализации

9.1.1 В колбу для минерализации наливают 1,5 г молока, подготовленного в соответствии с разделом 8 и взвешенного с отсчетом показаний весов до 1 мг. Добавляют три стеклянных шарика и 4 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

9.1.2 Устанавливают колбу в наклонном положении в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу и нагревают на электрической плитке. Следят за тем, чтобы при нагревании свести до минимума образование пены в колбе.

Поддерживают в колбе слабое кипение. Не допускаются местные перегревы и нагревание колбы выше уровня жидкости.

9.1.3 Как только в колбе прекратится пенообразование, ее охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Осторожно добавляют 2 $см^3$ раствора пероксида водорода и снова нагревают. Повторяют эту процедуру до тех пор, пока содержимое колбы не станет прозрачным и бесцветным. В течение нагревания периодически перемешивают содержимое колбы, осторожно поворачивая колбу, не допуская местных перегревов.

9.1.4 Охлаждают смесь на воздухе до комнатной температуры и промывают горло колбы водой объемом около 2 $см^3$. Снова нагревают содержимое колбы до тех пор, пока вода не испарится. Кипятят жидкость 30 мин, чтобы уничтожить все следы пероксида водорода. Не допускаются местные перегревы.

9.1.5 Охлаждают смесь на воздухе до комнатной температуры. Количественно переносят смесь в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора в колбе до метки водой.

9.1.6 Отбирают пипеткой 2 см^3 смеси в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и добавляют около 25 см^3 воды. Затем в колбу приливают 2,0 см^3 раствора молибдата в аскорбиновой кислоте, перемешивают и доводят объем раствора в колбе до метки водой.

9.1.7 Содержимое колбы кипятят 15 мин на водяной бане.

9.1.8 Охлаждают колбу со смесью до комнатной температуры в холодной воде. Далее проводят испытания по 9.5. Смесь пригодна для измерений оптической плотности в течение 1 ч.

9.2 Метод сухой минерализации

9.2.1 В тигель из платины или кварца наливают 10 г молока, подготовленного в соответствии с разделом 8 и взвешенного с отсчетом показаний весов до 1 мг.

9.2.2 Выпаривают образец досуха в сушильном шкафу при температуре 100 °С или ниже или на водяной бане.

9.2.3 Прокаливают испытуемый образец в муфельной печи при температуре от 500 до 550 °С до тех пор, пока не образуется белая (или почти белая) зола.

Предпочтительнее прежде, чем установить тигель в муфельную печь, нагреть его на электрической плитке, чтобы сжечь легко воспламеняющиеся компоненты.

9.2.4 Тигель с содержимым охлаждают вместе с муфельной печью и затем покрывают часовым стеклом. Растворяют золу в растворе соляной кислоты объемом от 2 до 3 см^3 и добавляют около 3 см^3 воды.

9.2.5 Количественно переносят раствор золы в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивая часовое стекло и тигель водой и сливая промывные воды в колбу. Доводят объем раствора в колбе до метки водой. Фильтруют раствор через фильтровальную бумагу.

9.2.6 Наливают пипеткой 10 см^3 фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки водой.

9.2.7 Наливают 2 см^3 раствора фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и добавляют 25 см^3 воды. Затем добавляют 2,0 см^3 раствора молибдата в аскорбиновой кислоте. Доводят объем раствора в колбе до метки водой.

9.2.8 Кипятят содержимое колбы на водяной бане в течение 15 мин.

9.2.9 Охлаждают колбу со смесью, помещая ее в баню с проточной водой комнатной температуры. Далее проводят испытания по 9.5. Смесь пригодна для измерения оптической плотности в течение 1 ч.

9.3 Контрольное измерение

Одновременно с измерением пробы проводят контрольное измерение по той же методике, что и для измеряемого образца (9.1 или 9.2), но используя 1,5 или 10 см^3 (соответственно) свободной от фосфорных соединений воды вместо измеряемого образца.

9.4 Построение градуировочного графика

9.4.1 Наливают в пять мерных колб вместимостью 50 см^3 0, 1, 2, 3 и 5 см^3 соответственно стандартного раствора Б. Затем приливают в каждую мерную колбу по 25 см^3 воды.

9.4.2 К содержимому каждой мерной колбы добавляют по 2,0 см^3 раствора молибдата в аскорбиновой кислоте. Доводят объем каждого раствора в колбе до метки водой. Приготовленные растворы содержат 0, 10, 20, 30 и 50 мкг фосфора соответственно.

9.4.3 Содержимое колб кипятят на водяной бане в течение 15 мин.

9.4.4 Охлаждают растворы до комнатной температуры в холодной воде. В течение 1 ч измеряют спектрометром, оснащенным кюветой, при длине волны 820 нм оптическую плотность каждого градуировочного раствора по сравнению с раствором, содержащим 0 мкг фосфора (см. 9.4.2). Если оптическая плотность раствора, содержащего 0 мкг фосфора в 50 см^3 раствора, велика, проверяют реактивы.

9.4.5 Строят график зависимости полученных значений оптической плотности от массы фосфора в микрограммах, содержащегося в градуировочных растворах (9.4.2).

9.5 Спектрометрическое измерение

Измерения оптических плотностей охлажденных смесей по 9.1.8 и 9.2.9 проводят на спектрометре при номинальном значении длины волны 820 нм относительно контрольной пробы (9.3).

10 Обработка результатов

По градуировочному графику определяют массу фосфора, соответствующую абсорбции света измеряемым раствором.

Массовую долю общего фосфора W_P в пробе, %, вычисляют по формулам:

а) метод мокрой минерализации

$$W_P = \frac{m_1 100}{20000 m_0},$$

б) метод сухой минерализации

$$W_P = \frac{m_1 100}{2000 m_0},$$

где m_0 — масса измеряемого образца, г;
m_1 — масса фосфора, определенная по градуировочному графику, мкг;
20000 — коэффициент разбавления пробы, мкг/г;
2000 — коэффициент разбавления пробы, мкг/г;
100 — коэффициент пересчета долей в проценты, %.

Округляют результат до третьего десятичного знака.

11 Метрологические характеристики

Сходимость и воспроизводимость, полученные при аттестации метода, рассчитаны для вероятности $P = 0,95$.

11.1 Сходимость

Абсолютное расхождение результатов двух параллельных определений массовой доли общего фосфора в пробе, выполненных одним и тем же методом, на одной и той же пробе, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, — не более 0,005 %.

Если расхождение превышает 0,005 %, оба результата бракуют и выполняют два новых определения.

11.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение результатов двух измерений массовой доли общего фосфора в пробе, выполненных одним и тем же методом, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, на разном оборудовании, — не более 0,016 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ГФ СССР-X Кислота аскорбиновая. Технические условия

УДК 637.11.001.4:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, пищевые продукты, молоко, химический анализ, определение содержания, фосфор, метод молекулярно-абсорбционной спектрометрии

ПРИМЕЧАНИЕ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

Указанный в разделе 2 «Нормативные ссылки» к ГОСТ Р 51473—99:

ГОСТ 24104—88 заменен на ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 29.09.2008. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,67. Тираж 84 экз. Зак. 1195.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru