МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34967— 2023

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Раздельное определение содержания добавленных фосфатов методом ионной хроматографии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом МТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2023 г. № 63)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 июля 2023 г. № 517-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34967—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 15 апреля 2024 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Раздельное определение содержания добавленных фосфатов методом ионной хроматографии

Food products. Separate determination of added phosphates by ion chromatography

Дата введения — 2024—04—15

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты — молоко (включая сухое и концентрированное молоко), сливки, молодые сыры, мясо (все виды животных), мясные продукты и мясные колбасные изделия, мясо птицы всех видов, продукты и колбасные изделия из мяса птицы, рыбу, водных беспозвоночных и продукты, вырабатываемые из них, за исключением консервов и пресервов, и устанавливает метод ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием определения содержания добавленных фосфатов* в форме фосфат-анионов: ортофосфат — (PO^{3-}_{4}), пирофосфат — $(P_2O^{4-}_{7})$, триметафосфат — $(P_3O^{3-}_{9})$, триполифосфат — $(P_3O^{5-}_{10})$ в диапазоне измерений от 0,02 до 20,00 г/кг (г/дм^3).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

* Добавленные фосфаты — это водорастворимые орто-, пиро-, триполи- и триметафосфаты, применяемые в качестве пищевых добавок.

Издание официальное

ГОСТ 4025 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 7269 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести

ГОСТ 7636—85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа

ГОСТ 9792 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 26809.1—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26809.2—2014 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29245—91 Консервы молочные. Методы определения физических и органолептических показателей

ГОСТ 31339 Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 31467—2012 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании добавленных фосфатов из анализируемой пробы трифторуксусной кислотой, очистке экстракта с последующим определением фосфат-анионов методом ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием.

Количественное определение содержания фосфат-анионов проводят методом абсолютной градуировки.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

4 Условия выполнения измерений и требования безопасности

4.1 При определении содержания фосфат-анионов должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха..... от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха..... от 20 % до 80 %.

4.2 Применяемые в работе реактивы относятся к веществам 2-го и 3-го классов опасности, при работе с ними необходимо соблюдать общие требования безопасности обращения с вредными веществами, установленные в ГОСТ 12.1.007. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.005.

4.3 Помещения, в которых проводят измерение и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021 и защищены от действия прямого солнечного или ультрафиолетового излучения.

4.4 Приготовление и использование градуировочных растворов проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции.

4.5 При работе с электроприборами следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.1.030, пожаровзрывобезопасности — по ГОСТ 12.1.018 и инструкции по эксплуатации приборов.

4.6 Помещения, в которых проводят измерение и подготовку проб, должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и должны быть оснащены средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.7 К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих высшее образование, прошедших соответствующий инструктаж, владеющих техникой ионной хроматографии и требованиями эксплуатации используемых приборов.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, посуда и реактивы

5.1 Для определения содержания фосфат-анионов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуду:

- весы неавтоматического действия высокого класса точности (II) по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,03 г;
- весы специального класса точности (I) с пределом допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,1 мг;
- хроматограф ионный, включающий градиентный насос, автосамплер, генератор элюента с расходным картриджем, содержащим гидроокись калия для генерации элюента, улавливающую колонку, устройство для удаления газов при высоком давлении, кондуктометрический детектор с сигнальным диапазоном до 15 000 мкСм (μS), подавитель фоновой электропроводности элюента, термостат хроматографической колонки, обеспечивающий температуру нагрева до (40 ± 1) °С;
- колонку хроматографическую ионообменную*, длиной 250 мм, диаметром не более 4,0 мм, заполненную анионообменным сорбентом с предколонкой длиной 50 мм, диаметром не более 4,0 мм, обеспечивающей разделение пиков фосфат-анионов на уровне базовой линии;
- картриджи для твердофазной экстракции** вместимостью не менее 3 $см^3$, заполненные обращенно-фазовым сорбентом С18 с частицами диаметром не более 50 мкм в комплекте с подходящими шприцами (используют по необходимости);
- систему обработки результатов измерений;
- виалы (флаконы) для автоматического устройства ввода проб вместимостью 5 $см^3$ с крышками;

---

* Например, Dionex™ IonPac™ AS16 4 × 250 мм с защитной колонкой IonPac™ AG16 4 × 50 мм. Подходящими ионообменными колонками и предколонками Thermo Scientific™ являются так же, например: Dionex™ IonPac™ AS16 2 × 250 мм и IonPac™ AG16 2× 50 мм, IonPac™AS11 2 × 250 мм и IonPac™ AG11 2 х 50 мм, IonPac™AS11 4 × 250 мм и IonPac™AG11 4 × 50 мм. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других колонок с аналогичными характеристиками.

** Например, типа RP C18. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

- дозаторы механические одноканальные переменной вместимости 100—1000 мм^3, 1—5 см^3 по ГОСТ 28311;
- пробирки полипропиленовые вместимостью 15 и 50 см^3 с навинчиваемыми пластмассовыми крышками;
- баню ультразвуковую с рабочей частотой не менее 20 кГц и объемом не менее 1 дм^3;
- баню водяную, пригодную для поддержания температуры (55 ± 5) °С;
- центрифугу лабораторную рефрижераторную со скоростью вращения не менее 4500 мин$^{-1}$ и диапазоном задаваемых температур от 4 °С до 20 °С с адаптерами для пробирок вместимостью 15 и 50 см^3;
- устройство перемешивающее (вортекс);
- встряхиватель (шейкер) вибрационный для пробирок;
- измельчитель-гомогенизатор лабораторный;
- мясорубку бытовую по ГОСТ 4025 или электромясорубку по ГОСТ 20469 с отверстиями решетки не более 4 мм;
- систему получения деионизированной воды высокой чистоты;
- холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °С до 8 °С;
- колбы 2-5(10, 25, 50, 100)—2 по ГОСТ 1770;
- колбу Кн-1—1000—14/23 ТС по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1—1000—2 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1—2—10(25) по ГОСТ 29169;
- фильтры бумажные ФБ-I по ГОСТ 12026;
- фильтры нейлоновые шприцевые с размером пор 0,45 мкм;
- флаконы полимерные с навинчиваемыми пластмассовыми крышками;
- шприцы медицинские одноразового применения вместимостью 5,0 см^3.

5.2 При определении содержания фосфат-анионов применяют следующие реактивы:
- кислоту трифторуксусную с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.;
- воду деионизированную высокой чистоты с удельным сопротивлением 18,2 МОм·см при температуре 25 °С.

5.3 При определении содержания фосфат-анионов в качестве образцов сравнения применяют соединения с массовой долей основного вещества не менее 94,0 %:
- ортофосфат натрия двенадцативодный ($Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$), CAS 7722-88-5;
- пирофосфат натрия ($Na_4P_2O_7$), CAS 7722-88-5;
- триметафосфат натрия ($Na_3P_3O_9$), CAS 7785-84-4;
- триполифосфат натрия ($Na_5P_3O_{10}$), CAS 7758-29-4.

5.4 Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов, по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка лабораторной посуды и реактивов

6.1.1 Мойку и сушку посуды проводят в отдельном помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией. Для сушки лабораторной посуды и подготовки реактивов необходимо использовать отдельные сушильные шкафы.

6.1.2 Стеклянную посуду подвергают стандартной процедуре очистки лабораторной посуды с промывкой моющими средствами. Затем несколько раз промывают водопроводной водой и ополаскивают дважды деионизированной водой.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление подвижных фаз А и Б

6.2.1.1 Приготовление подвижной фазы А

В качестве подвижной фазы А используют раствор гидроокиси калия концентрацией 100 ммоль/дм^3 или раствор гидроокиси натрия концентрацией 100 ммоль/дм^3.

Раствор гидроокиси калия концентрацией 100 ммоль/дм^3 готовят автоматически с помощью генератора элюента, включающего расходный картридж с 22,4 %-ным раствором гидроокиси калия, и программного обеспечения.

Для приготовления раствора гидроокиси натрия концентрацией 100 ммоль/дм^3 готовят 50 %-ный раствор гидроокиси натрия, не содержащий карбонатов, по ГОСТ 4517—2016 (подраздел 4.102). В коническую колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 995 см^3 деионизированной воды, помещают в ультразвуковую баню на 5 мин и добавляют двумя дозаторами 5,15 см^3 50 %-ного раствора гидроокиси натрия.

6.2.1.2 В качестве подвижной фазы Б используют деионизированную воду.

6.2.2 Приготовление раствора гидроокиси калия концентрацией 8 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 44,8 г гидроокиси калия, растворяют в небольшом объеме деионизированной воды и доводят объем раствора деионизированной водой до метки.

Раствор хранят в полимерном флаконе с плотно завинчивающейся крышкой при температуре от 15 °С до 30 °С — не более 1 мес.

6.2.3 Приготовление 2 %-ного (по объему) раствора трифторуксусной кислоты

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2,0 см^3 трифторуксусной кислоты и доводят объем раствора деионизированной водой до метки.

Раствор хранят в полимерном флаконе с плотно завинчивающейся крышкой при температуре от 15 °С до 30 °С — не более 1 мес.

6.2.4 Приготовление исходного стандартного раствора C_0 массовыми концентрациями фосфат-анионов 1000 мг/дм^3

Для приготовления исходного стандартного раствора C_0 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят вычисленные по формуле (1) и указанные в таблице 1 массы образцов сравнения (взвешивание проводят с точностью до четвертого десятичного знака), растворяют в небольшом объеме деионизированной воды, добавляют 0,125 см^3 раствора гидроокиси калия (см. 6.2.2) и доводят объем раствора деионизированной водой до метки.

Массу i-го образца сравнения m_i, г, с учетом массовой доли основного вещества вычисляют по формуле

$$m_i = \frac{A}{0{,}01P_i}, \quad (1)$$

где A — номинальное значение массы i-го образца сравнения, г, указанное в таблице 1;

0,01 — коэффициент пересчета, учитывающий переход массовой доли основного вещества из процентов в относительную величину;

P_i — массовая доля основного вещества в образце сравнения, %.

Таблица 1 — Номинальное значение массы образца сравнения

Аналит	Образец сравнения	Номинальное значение массы образца сравнения (А), г
Ортофосфат-анион (PO_4^{3-})	Ортофосфат натрия ($Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$)	0,2000
Пирофосфат-анион ($P_2O_7^{4-}$)	Пирофосфат натрия ($Na_4P_2O_7$)	0,0764
Триметафосфат-анион ($P_3O_9^{3-}$)	Триметафосфат натрия ($Na_3P_3O_9$)	0,0646
Триполифосфат-анион ($P_3O_{10}^{5-}$)	Триполифосфат натрия ($Na_5P_3O_{10}$)	0,0727

Срок хранения раствора C_0 при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес.

Раствор хранят в полимерном флаконе с плотно завинчивающейся крышкой.

6.2.5 Приготовление градуировочных растворов G_1—G_7

Градуировочные растворы G_1—G_7 готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3, в которые вносят исходный стандартный раствор C_0, раствор гидроокиси калия (см. 6.2.2) в соответствии с таблицей 2 и доводят объем раствора деионизированной водой до метки.

Таблица 2 — Приготовление градуировочных растворов G_1—G_7

Обозначение и массовая доля градуировочного раствора аналитов	Вносимый объем исходного стандартного раствора C_0 (см. 6.2.4), см^3	Вносимый объем градуировочного раствора G_3, см^3	Вносимый объем раствора гидроокиси калия (см. 6.2.2), см^3
G_1 (200 мг/дм^3)	10,0	—	0,125
G_2 (100 мг/дм^3)	5,0	—	0,125
G_3 (50 мг/дм^3)	2,5	—	0,125
G_4 (25 мг/дм^3)	—	25	0,125
G_5 (10 мг/дм^3)	—	10	0,125
G_6 (5 мг/дм^3)	—	5	0,125
G_7 (1 мг/дм^3)	—	1	0,125

Градуировочные растворы G_1—G_7 готовят в день применения.

Рекомендуемый диапазон градуировочных растворов для ортофосфат-аниона от 1 до 200 мг/дм^3, для пирофосфат-, триметафосфат-, триполифосфат-анионов — от 1 до 100 мг/дм^3.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

7.1.1 Отбор проб мяса — по ГОСТ 7269.

7.1.2 Отбор проб мяса птицы — по ГОСТ 31467.

7.1.3 Отбор проб рыбы, водных беспозвоночных и продуктов, вырабатываемых из них, — по ГОСТ 31339.

7.1.4 Отбор проб колбасных изделий и продуктов из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц — по ГОСТ 9792.

7.1.5 Отбор проб молока (включая сухое и концентрированное молоко), сливок — по ГОСТ 26809.1. Отбор проб сыра — по ГОСТ 26809.2.

7.1.6 Отобранные пробы, при отсутствии возможности испытаний в день отбора, хранят при условиях, указанных изготовителем в течение периода, не превышающего срок годности продукции, установленный изготовителем.

7.1.7 Пробы, отобранные по 7.1.1—7.1.3, при отсутствии возможности испытаний в день отбора, замораживают и хранят при температуре от минус 15 °С до минус 25 °С. Размораживание проводят выдерживанием емкостей с пробой в холодильнике или при комнатной температуре до состояния, позволяющего проводить их дальнейшую обработку. Выделившуюся при размораживании жидкость используют при подготовке пробы.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Мясо, мясные продукты измельчают на мясорубке дважды.

Подготовку мяса птицы и полуфабрикатов из мяса птицы проводят по ГОСТ 31467—2012 (раздел 6).

Подготовку проб рыбы, водных беспозвоночных и продуктов, вырабатываемых из них, проводят по ГОСТ 7636—85 (раздел 2).

Подготовку проб молока и молочных продуктов проводят по ГОСТ 26809.1—2014 (пункт 6.1). Сухие молочные продукты восстанавливают по ГОСТ 29245—91 (пункт 3.4). Концентрированное молоко разводят деионизированной водой по ГОСТ 29245—91 (пункт 3.3).

Подготовку проб сыра проводят по ГОСТ 26809.2—2014 (пункт 5.3.25).

7.2.2 Подготовка экстракта проб молока и сливок

Из пробы, подготовленной в соответствии с 7.2.1, отбирают 10 $см^3$ молока или сливок, помещают в полипропиленовую пробирку вместимостью 15 $см^3$ и центрифугируют при 4500 $мин^{-1}$ в течение 15 мин. Нижний обезжиренный слой фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Отбирают 1 $см^3$ фильтрата (объем испытуемой пробы) (M) и переносят в мерную колбу вместимостью 5 $см^3$, доводят до метки раствором трифторуксусной кислоты (см. 6.2.3) (V_1). Содержимое переливают в новую полипропиленовую пробирку вместимостью 15 $см^3$, перемешивают в вортексе в течение 1 мин. Затем центрифугируют при 4500 $мин^{-1}$ в течение 10 мин.

Переносят 2 $см^3$ аликвоты (V_2) в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$, добавляют 0,025 $см^3$ раствора гидроокиси калия (см. 6.2.2) и доводят деионизированной водой до метки (V_3). Фильтруют через шприцевой фильтр в виалу и используют для хроматографического измерения.

7.2.3 Подготовка экстракта проб сыра, мяса, мяса птицы, рыбы, водных беспозвоночных и продуктов, вырабатываемых из них

Из пробы, подготовленной в соответствии с 7.2.1, отбирают навеску (2,5 ± 0,1) г (M) в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ трифторуксусной кислоты (см. 6.2.3), нагретой на водяной бане до температуры (55 ± 5) °С, и перемешивают с помощью шейкера 10 мин. Затем центрифугируют при 4500 $мин^{-1}$ в течение 15 мин. Надосадочный слой фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Фильтрат охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и доводят до метки деионизированной водой (V_1). Переносят 2 $см^3$ аликвоты (V_2) в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$, добавляют 0,025 $см^3$ раствора гидроокиси калия (см. 6.2.2) и доводят деионизированной водой до метки (V_3). Фильтруют через шприцевой фильтр в виалу и используют для хроматографического измерения.

При необходимости фильтрат (V_1) подвергают дополнительной очистке. Через подготовленный картридж для твердофазной экстракции пропускают 2 $см^3$ аликвоты (V_2), смывают 6 $см^3$ деионизированной воды в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$, добавляют 0,025 $см^3$ раствора гидроокиси калия (см. 6.2.2) и доводят деионизированной водой до метки (V_3). Фильтруют через шприцевой фильтр в виалу и используют для хроматографического измерения.

8 Порядок проведения измерения

8.1 Условия хроматографического измерения

8.1.1 Ионный хроматограф с кондуктометрическим детектором включают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают параметры рабочих режимов хроматографического разделения.

8.1.2 Рекомендуемые параметры измерения:

- температура термостата колонки — 35 °С;
- скорость потока подвижной фазы — 1,2 $см^3$/мин;
- объем вводимой пробы — 25 $мм^3$.

8.1.3 Режим элюирования приведен в таблице 3 (приготовление подвижных фаз А и Б по 6.2.1).

Таблица 3

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,0	30	70
8,0	30	70
17,0	60	40
26,0	60	40
26,5	60	40
35,0	30	70

8.1.4 С помощью компьютерной системы обработки данных для каждого аналита устанавливают линейную градуировочную характеристику как зависимость массовой концентрации от площади пика.

Расчеты коэффициентов градуировочной характеристики выполняются системой обработки данных в автоматическом режиме.

8.1.5 Градуировочная зависимость считается приемлемой, если значение квадрата коэффициента корреляции для калибровочной кривой каждого аналита не менее 0,98.

8.1.6 Фосфат-анионы идентифицируют по абсолютным значениям времени удерживания.

Время удерживания фосфат-анионов приведено в приложении А.

8.1.7 Градуировочную характеристику устанавливают заново перед каждой серией измерений, используя не менее трех градуировочных растворов.

Коэффициент разделения фосфат-анионов должен быть не менее 0,9, число эффективных теоретических тарелок (N) по пику ортофосфат-аниона — не менее 1500. Если эти условия не соблюдаются, то для достижения требуемой эффективности разделения экспериментальным путем корректируют условия хроматографического разделения в соответствии с настоящим подразделом. Если коэффициент разделения становится менее 0,9, а число N уменьшается на 25 % по сравнению с первоначальным измерением, то рекомендуется замена колонки.

8.2 Проведение измерения

8.2.1 В инжектор хроматографа вводят экстракт пробы, подготовленной по 7.2.2, 7.2.3 и проводят измерения в условиях, указанных в 8.1. Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

Регистрируют на хроматограммах пики, соответствующие времени удерживания фосфат-анионов (приведенным в приложении А), найденных при измерении градуировочных растворов. Относительное расхождение времени удерживания не должно отличаться более чем на 5 %. Если данное условие не соблюдается, определение повторяют.

8.2.2 Если измеренные значения массовых концентраций фосфат-анионов в экстракте пробы превышают значения верхних границ диапазона линейности градуировочной характеристики, фильтрат (см. 7.2.2, 7.2.3) разбавляют деионизированной водой и измерения проводят заново.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Используя хроматограмму, зарегистрированную по 8.2.1 при помощи программного обеспечения к хроматографу, идентифицируют фосфат-анионы по временам удерживания, используя их значения, полученные для градуировочных растворов. Время удерживания каждого фосфат-аниона, полученное при анализе градуировочных хроматограмм, используют для идентификации пиков на хроматограмме испытуемой пробы. Определяют площади пиков идентифицированных фосфат-анионов и, используя градуировочные характеристики (см. 8.1), вычисляют массовую концентрацию этих фосфат-анионов в экстракте испытуемой пробы.

9.2 Содержание индивидуального фосфат-аниона X, г/кг (г/дм^3), вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot K_1 \cdot K_2 \cdot V_1 \cdot V_3}{M \cdot V_2}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация фосфат-аниона в экстракте испытуемой пробы, установленная согласно 9.1, мг/см^3;

K_1 — коэффициент разбавления пробы согласно 8.2.2;

K_2 — коэффициент разведения/восстановления пробы молока или сливок согласно 7.2.1;

V_1 — объем разбавления обезжиренного фильтрата, см^3;

V_3 — объем разбавления аликвоты, см^3;

M — масса (объем) испытуемой пробы, г (см^3);

V_2 — объем аликвоты обезжиренного фильтрата, см^3.

Вычисления проводят с точностью до двух значащих цифр.

9.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений испытуемой пробы, если выполняется условие приемлемости по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.2.2). При невыполнении этого условия результат измерений устанавливают согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункты 5.2.3 и 5.2.4).

10 Метрологические характеристики

Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений содержания фосфат-анионов с относительной расширенной неопределенностью результатов измерений, указанной в таблице 4 (при коэффициенте охвата k = 2).

Таблица 4 — Показатели точности и прецизионности метода при определении содержания фосфат-анионов в диапазоне измерений от 0,02 до 20,00 г/кг (г/дм^3)

Аналит	Значение относительной расширенной неопределенности U_i, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %
Ортофосфат-анион (PO_4^{3-})	12	2	6	6
Пирофосфат-анион ($P_2O_7^{4-}$)	20	3	10	9
Триметафосфат-анион ($P_3O_9^{3-}$)	26	3	13	9
Триполифосфат-анион ($P_3O_{10}^{5-}$)	30	4	15	12

11 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих их использование, при P = 0,95, представляют для индивидуального фосфат-аниона в виде

$$\overline{X} \pm 0{,}01 U_i \cdot \overline{X}, \quad (3)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми, г/кг (г/дм^3);

U_i — значение относительной расширенной неопределенности содержания индивидуального фосфат-аниона для установленного диапазона измерений, % (в соответствии с таблицей 4).

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы неопределенности. Значение границ неопределенности выражают числом, содержащим не более двух значащих цифр.

Если числовое значение результата измерений выходит за нижнюю границу диапазона измерений, то в документах приводят следующую запись: «Массовая доля фосфат-аниона менее 0,020 г/кг (г/дм^3)».

Содержание индивидуального фосфат-аниона, в пересчете на P_2O_5, X_1, г/кг (г/дм^3), вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot K_3, \quad (4)$$

где X_1 — содержание фосфат-аниона, г/кг (г/дм^3), [вычисленное по формуле (2)];

K_3— коэффициент пересчета фосфат-аниона на P_2O_5:

0,75 — для ортофосфат-аниона (PO_4^{3-});

0,82 — для пирофосфат-аниона ($P_2O_7^{4-}$);

0,90 — для триметафосфат-аниона ($P_3O_9^{3-}$);

0,84 — для триполифосфат-аниона ($P_3O_{10}^{5-}$).

Результат измерений для суммы фосфат-анионов в пересчете на P_2O_5 представляют в виде

$$\sum \overline{X}_1 \pm \sqrt{\sum (0{,}1 U_i \cdot \overline{X})^2}, \quad (5)$$

где $\overline{X}_1$ — содержание индивидуального фосфат-аниона в пересчете на P_2O_5, г/кг (г/дм^3);

U_i — значение относительной расширенной неопределенности содержания индивидуального фосфат-аниона для установленного диапазона измерений, % (в соответствии с таблицей 4).

12 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.3) с использованием контрольных карт Шухарта.

Приложение А
(справочное)

Время удерживания фосфат-анионов

Таблица А.1

Аналит	Время удерживания, мин
Ортофосфат-анион (PO_4^{3-})	7,45
Пирофосфат-анион ($P_2O_7^{4-}$)	15,99
Триметафосфат-анион ($P_3O_9^{3-}$)	16,76
Триполифосфат-анион ($P_3O_{10}^{5-}$)	19,64

УДК 637.07:614.3:006.354

МКС 67.100.10
67.100.30
67.120.10
67.120.20
67.120.30

Ключевые слова: продукты пищевые, добавленные фосфаты, определение содержания, ионная хроматография, кондуктометрическое детектирование

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

Сдано в набор 14.07.2023. Подписано в печать 19.07.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru