ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания натрия, калия, кальция и магния с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

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. № 584-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом ЕН 1134:1994 «Соки фруктовые и овощные. Определение натрия, калия, кальция и магния методом атомно-абсорбционной спектрометрии»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Метод определения содержания натрия, калия, кальция и магния с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии

Fruit and vegetable juices.
Method for determination of sodium, potassium, calcium and magnesium content by atomic absorption spectrometry

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает метод определения массовой концентрации (массовой доли) натрия, калия, кальция и магния с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии.

Метод позволяет проводить определение массовой концентрации (массовой доли) данных элементов в следующих диапазонах:

натрия — от 10 до 100 мг/дм^3 (мг/кг);
калия — от 200 до 4000 мг/дм^3 (мг/кг);
кальция — от 10 до 300 мг/дм^3 (мг/кг);
магния — от 10 до 300 мг/дм^3 (мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4209—77 Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Кальций углекислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51432—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания золы

ГОСТ Р 51431—99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности

ИСО 3696—87** Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

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

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на определении натрия, калия, кальция и магния с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии в разведенной пробе, в которую для предотвращения частичной ионизации металлов в пламени при определении натрия и калия с целью видоизменения матрицы добавлен хлорид цезия, а при определении кальция и магния — лантан.

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

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

Атомно-абсорбционный спектрометр, укомплектованный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени и лампами с полым катодом для натрия, калия, кальция и магния, с допускаемой относительной погрешностью измерений не более 5 % в диапазоне массовых концентраций натрия 1 — 100 мг/дм^3, калия 100 — 500 мг/дм^3, кальция 5 — 200 мг/дм^3, магния 1 — 100 мг/дм^3.

Баня водяная.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая ускорение не менее 370 g.

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

Дозатор пипеточный [1] переменного объема дозирования 0,200 — 1,000 см^3 с относительной погрешностью дозирования ±1 %.

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

Стаканы по ГОСТ 25336 типа В, исполнения 1, вместимостью 100 см^3.

Эксикатор по ГОСТ 25336 с эффективным осушающим агентом.

Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов натрия, калия, магния и кальция с относительной погрешностью не более 1 % ($P = 0,95$) или

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Калий виннокислый кислый с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х.ч.

Магний хлористый 6-водный по ГОСТ 4209, х.ч.

Цезий хлористый [2], х.ч.

Лантан хлористый 7-водный [3], х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Вода для лабораторного анализа по ИСО 3696, категории 2.

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

5 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 26313, 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. Определяют относительную плотность разбавленного продукта по ГОСТ Р 51431 и найденное значение указывают в протоколе.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Подготовка посуды и реактивов

Стеклянную посуду непосредственно перед использованием несколько раз ополаскивают водой для лабораторного анализа.

Хлорид натрия, калий виннокислый кислый, карбонат кальция и хлорид магния перед использованием для приготовления исходных растворов натрия, калия, кальция и магния высушивают в эксикаторе в течение 3 — 4 сут.

Для приготовления растворов пробы продукта и градуировочных и других растворов, используемых при проведении испытаний, применяют воду для лабораторного анализа из одной и той же партии.

6.2 Приготовление исходных растворов

Для приготовления исходных растворов натрия и калия массовой концентрации $\rho(Na^+) = 1,00$ г/дм^3 и $\rho(K^+) = 1,00$ г/дм^3 навески хлорида натрия массой 2,542 г и виннокислого кислого

калия массой 4,813 г растворяют в отдельных стаканах в небольшом количестве воды, переносят в мерные колбы вместимостью 1 дм³ и доводят объем содержимого водой до отметки.

Для приготовления исходных растворов кальция и магния массовой концентрации $\rho(Ca^{++})$ = =1 г/дм³ и $\rho(Mg^{++})$ = 1 г/дм³ навески карбоната кальция массой 2,500 г и хлорида магния массой 8,365 г растворяют в отдельных стаканах в небольшом количестве раствора соляной кислоты массовой концентрации 100 г/дм³, переносят в мерные колбы вместимостью 1 дм³ и доводят объем содержимого водой до отметки.

Для приготовления исходного раствора хлорида цезия массовой концентрации $\rho(CsCl)$ = =40 г/дм³ навеску хлорида цезия массой 4,00 г растворяют в стакане в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем содержимого водой до отметки.

Для приготовления исходного раствора лантана массовой концентрации $\rho(La^{+++})$ = 50,0 г/дм³ навеску хлорида лантана массой 13,40 г растворяют в стакане в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем содержимого водой до отметки.

Исходные растворы хранят в полиэтиленовых сосудах. Срок годности исходного раствора калия две недели, остальных растворов — 3 мес при хранении при комнатной температуре.

6.3 Приготовление растворов для компенсации фонового сигнала спектрометра (установления нулевого значения абсорбции)

При определении калия и натрия для установления нулевого значения абсорбции используют раствор хлорида цезия массовой концентрации 4,0 г/дм³, который готовят точным разведением исходного раствора в 10 раз. При определении кальция и магния для установления нулевого значения абсорбции используют раствор лантана массовой концентрации 5,0 г/дм³, который готовят точным разведением исходного раствора в 10 раз.

Срок годности растворов 3 мес при хранении при комнатной температуре в полиэтиленовых сосудах.

6.4 Приготовление градуировочных растворов

Для каждого определяемого элемента готовят 3—5 градуировочных растворов точным разведением исходных растворов, при этом массовые концентрации градуировочных растворов должны находиться в диапазоне линейной зависимости абсорбции от концентрации элемента для данного спектрофотометра. Для дозирования аликвот исходных растворов объемом менее 1 см³ используют пипеточный дозатор. Перед доведением раствора до заданного объема в градуировочные растворы натрия и калия вносят исходный раствор хлорида цезия в таком количестве, чтобы массовая концентрация хлорида цезия в растворах составляла 4,0 г/дм³, а в градуировочные растворы кальция и магния вносят исходный раствор лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в растворах составляла 5,0 г/дм³.

Срок годности градуировочного раствора калия — две недели, остальных растворов — 1 мес при хранении при комнатной температуре в полиэтиленовых сосудах.

7 Проведение испытаний

7.1 Приготовление раствора пробы

Проводят два параллельных определения.

Перед отбором проб для анализа из лабораторного образца продукт перемешивают; проба должна быть объемом не менее 1 см³ (1 г).

При определении кальция и при определении натрия, калия и магния в продуктах с объемной долей мякоти более 1 % пробу продукта подвергают минерализации по ГОСТ Р 51432; полученную золу растворяют в 2 см³ соляной кислоты $c(HCl)$ = 4 моль/дм³, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем содержимого водой до отметки (V_3). В прозрачных продуктах при определении кальция и в продуктах с объемной долей мякоти менее 1 % при определении натрия, калия и магния озоление допускается не проводить.

Пробу продукта или ее минерализованный раствор разводят в мерных колбах подходящей вместимости водой таким образом, чтобы ожидаемая концентрация элемента в растворе находилась в области градуировочного графика. Аликвоты проб (V_2) объемом менее 1 см³ дозируют пипеточным дозатором. Перед доведением раствора пробы до заданного объема (V_1) при определении калия и натрия в мерные колбы вносят исходный раствор хлорида цезия в таком количестве, чтобы массовая концентрация хлорида цезия в исследуемом растворе пробы составляла 4,0 г/дм³, а при определении кальция и магния — исходный раствор лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в исследуемом растворе пробы составляла 5,0 г/дм³.

При необходимости перед спектрометрическим анализом раствор пробы центрифугируют.

7.2 Спектрометрический анализ

Градуировочные растворы и растворы пробы по 7.1 анализируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра. Используют наиболее чувствительные линии поглощения элементов со следующими длинами волн:

Na — 589,0 нм;

K — 766,5 или 769,9 нм;

Ca — 422,7 нм;

Mg — 285,2 нм.

Спектрометрический анализ градуировочных растворов проводят перед каждой серией испытаний.

8 Обработка и оформление результатов

Для каждого из определяемых элементов строят градуировочный график зависимости величины абсорбции от массовой концентрации элемента в градуировочных растворах.

По градуировочному графику находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе пробы, соответствующее измеренной абсорбции раствора пробы.

Для продуктов, подготовка проб которых проводилась без озоления, массовую концентрацию натрия, калия, магния и кальция x_1, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{cV_1}{V_2}, \quad (1)$$

где c — массовая концентрация элемента в растворе пробы, мг/дм^3, определенная по градуировочному графику;

V_1 — объем раствора пробы, приготовленного по 7.1, см^3;

V_2 — объем пробы, взятый для приготовления раствора пробы по 7.1, см^3.

Для продуктов, подготовка проб которых проводилась с озолением, массовую концентрацию натрия, калия, магния и кальция x_2, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{cV_1V_3}{V_2V_4}, \quad (2)$$

где V_3 — объем, до которого доведен минерализат, см^3;

V_4 — объем пробы продукта, взятой на минерализацию.

Массовую долю натрия, калия, магния и кальция x_3, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$x_3 = \frac{cV_1V_3}{V_2m}, \quad (3)$$

где m — масса навески, взятой на минерализацию, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

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, значения которого приведены в таблице 1. При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до целого значения.

Расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости, значения которого приведены в таблице 1.

Пределы абсолютной погрешности определения массовой концентрации (массовой доли) при соблюдении условий, регламентированных настоящим стандартом, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

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;
- результат 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 стандарте, которые могли повлиять на результат.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода определения содержания натрия, калия, кальция и магния ($P = 0,95$)

Элемент	Норматив оперативного контроля сходимости, мг/дм^3 (мг/кг)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, мг/дм^3 (мг/кг)	Пределы абсолютной погрешности определения, ±мг/дм^3 (±мг/кг)
Натрий	0,6 + 0,034 a	1,6 + 0,120 b	1,1 + 0,084 c
Калий	0,0346 a	0,0864 b	0,0605 c
Кальций	1,1 + 0,029 a	2,2 + 0,116 b	1,5 + 0,081 c
Магний	1,4 (при $a \leq 40$) 2,7 (при $a > 40$)	0,7 + 0,093 b	0,5 + 0,065 c

a — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, мг/дм^3 (мг/кг);
b — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в двух лабораториях, мг/дм^3 (мг/кг);
c — результат испытаний, мг/дм^3 (мг/кг).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 64-13329—81 Дозаторы пипеточные
[2] ТУ 6-09-4066—79 Цезий хлористый
[3] ТУ 6-09-4773—79 Лантан хлористый

ОКС 67.160.20 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: фруктовые и овощные соки, натрий, калий, кальций, магний, определение содержания, метод атомно-абсорбционной спектрометрии

gost.e-ecolog.ru