ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 13805-2012

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Определение следовых элементов. Разложение под давлением

ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ

Вызначэнне следавых элементаў. Разлажэнне пад ціскам

(EN 13805:2002, IDT)

Издание официальное

БЗ 9-2011



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 664:543.637.7.064(083.74)(476) МКС 67.050 КП 06 IDT
Ключевые слова: продукты, следовые элементы, определение, давление, раствор, сосуд

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 мая 2012 г. № 26

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 13805:2002 Foodstuffs – Determination of trace elements – Pressure digestion (Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Разложение под давлением).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом CEN/TC 275 «Анализ пищевых продуктов. Горизонтальные методы» Европейской организации по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и европейского стандарта, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылка на европейский стандарт актуализирована.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2012

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура и приборы 2
6 Отбор проб 2
7 Методика выполнения 2
Приложение А (справочное) Рисунки аппаратов 5
Библиография 6
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Определение следовых элементов. Разложение под давлением

ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ
Вызначэнне следавых элементаў. Разлажэнне пад ціскам

Foodstuffs
Determination of trace elements. Pressure digestion

Дата введения 2013-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод разложения под давлением в пищевых продуктах, предназначенный для определения следовых элементов. Данный метод был протестирован в ходе межлабораторного исследования в сочетании с методом атомной абсорбции (с использованием пламени, печи, холодного пара, гидридов), масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS). Оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES) и вольтамперометрия могут использоваться вместе со стандартами на измерения, в которых содержатся ссылки на данный метод.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN 13804:2002 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Критерии характеристик, общие оценки и подготовка образца

3 Сущность метода

Разложение под давлением – физико-химический метод, описанный в настоящем стандарте для минерализации материала пробы и для подготовки исследуемого раствора, содержащего следовые элементы, до их определения в соответствии со стандартами, в которых содержится ссылка на данный метод и которые были валидированы в сочетании с ним.

Для гомогенизации пробы используют аппарат, исключающий возможность загрязнения пробы. Затем ее разлагают в герметично закрытом сосуде при высокой температуре и давлении, создаваемыми при помощи обычного или микроволнового нагрева, по [1] – [3].

4 Реактивы

4.1 Общие положения

Концентрация следовых элементов в используемых химических реактивах и воде должна быть достаточно низкой, чтобы не сказаться на результатах определения.

4.2 Азотная кислота, не менее чем 65 % (массовой доли), плотностью приблизительно ρ (HNO_3) = = 1,4 г/мл. В случае недостаточной чистоты необходимо очистить кислоту в перегоночном аппарате (5.5).

4.3 Разведенная азотная кислота, которую следует готовить, смешивая азотную кислоту (4.2) и воду в соотношении минимум 1 : 9.

4.4 Соляная кислота, не менее чем 30 % (массовой доли), плотностью приблизительно ρ (HCl) = = 1,15 г/мл.

4.5 Перекись водорода, не менее чем 30 % (массовой доли).

Издание официальное

5 Аппаратура и приборы

5.1 Общие положения

Для того чтобы свести к минимуму загрязнение, тщательно моют всю аппаратуру, которая непосредственно контактирует с пробой, посредством обработки разведенной азотной кислотой (4.3) и затем водой. Рекомендуется использовать выпаривающий аппарат (5.6) для очистки сосудов или колб.

5.2 Аппарат для разложения под давлением, сосуды высокого давления, безопасность которых протестирована, изготовленные из кислотостойких материалов и имеющие держатели для проб из кислотостойкого материала с низким уровнем загрязнения. Допускается использовать аппараты, которые используют в печах с высоким давлением, с давлением среды автоклава или без него.

Вместо политетрафторэтиленовых (PTFE) держателей лучше использовать градуированные кварцевые держатели, держатели из перфторэтилена (FEP) [4], [5] или из пефторалкокси (PFA). Кварц рекомендуется использовать для определения ртути и для температур разложения выше 230 °С.

5.3 Нагревательное устройство с контролем температуры (например, микроволновая печь или нагревательный блок вместо термостата).

5.4 Ультразвуковая баня

5.5 Перегоночный аппарат из кварцевого стекла или из эквивалента фторополимеров высокой чистоты, соответствующий рисунку А.1.

5.6 Выпаривающий аппарат, соответствующий рисунку А.2.

6 Отбор проб

Выполняют в соответствии с EN 13804.

7 Методика выполнения

7.1 Общие положения

На каждой стадии выполнения метода должны быть приняты меры по обеспечению того, чтобы загрязнение было минимальным.

Предупреждение – Применение настоящего стандарта связано с использованием опасных веществ, операций и оборудования. Настоящий стандарт не охватывает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и установление ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

Следует учитывать, что разложение материалов с высоким содержанием углерода (например, углеводов, жиров и т. д.) может привести к взрыву.

До использования аппарата для разложения под давлением изучают руководство по эксплуатации и инструкцию по технике безопасности. Особое внимание следует уделить опасности азотистых газов, которой подвержен персонал лаборатории.

Подробные описания методики должны быть в каждой лаборатории в форме рабочих инструкций.

7.2 Приготовление пробы

Следует готовить пробу способом, который обычно используют для приготовления пищевых продуктов в обычных домашних условиях. Необходимо максимально избегать загрязнения элементами, которые должны быть определены (например, для определения содержания хрома и никеля не используют ножи из нержавеющей стали во время приготовления пробы). См. EN 13804.

7.3 Условия разложения под давлением

7.3.1 Масса исходной пробы и объемы кислоты

Массу исходной пробы выбирают в зависимости от емкости сосуда для разложения. При этом в целях безопасности строго соблюдают инструкции изготовителя.

Если вместимость составляет, например, 70 мл, можно, как правило, разложить до 400 мг (с точностью до миллиграмма) твердого вещества или до 4 мл жидкости, что эквивалентно содержанию углерода в 200 мг [5]. Если содержание углерода ниже, можно увеличить навеску. Объем кислоты,

необходимой для разложения, будет зависеть от характера материала пробы. Обычно будет достаточно 3 мл азотной кислоты, чтобы разложить количества, упомянутые выше. Для чистых жиров может потребоваться снижение веса исходной пробы и увеличение количества кислоты. Можно добавить от 0,5 до 1 мл перекиси водорода, чтобы предупредить приклеивание пробы к стенкам сосуда для разложения и обеспечить полное смешение пробы с кислотой.

Примечание – Если впоследствии будут определять содержание железа, при необходимости добавляют 0,5 мл соляной кислоты (4.4), чтобы предотвратить потери из-за поглощения стенками сосудов.

7.3.2 Температура для разложения

Требуемая температура разложения и, следовательно, полнота разложения зависят от метода измерения, который будет использоваться в дальнейшем (например, высокие температуры приводят к низким значениям остаточного углерода в растворах для разложения. В связи с этим уменьшают фон при выполнении измерений посредством электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии (ET-AAS) и атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-AES). Искажения при определении хрома посредством масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICO-MB) сведены к минимуму [6], а также без искажений могут проводиться вольтамперометрические измерения).

Рекомендуется в начале разложения повышать температуру равномерно.

Примечание – В целом качество разложения будет выше при увеличении температуры разложения [7], [8]. Если существует вероятность того, что в пищевом продукте присутствуют органические соединения мышьяка, может потребоваться температура 320 °C, в случае если применяют атомно-абсорбционную спектрометрию с генерацией гидридов (HG-AAS) для определения содержания мышьяка [9].

7.3.3 Время разложения

Рекомендуемое время разложения для гомогенизированного материала пробы составляет приблизительно 3 ч. В случае разложения при помощи микроволновой системы время разложения обычно составляет от 15 до 30 мин. Для некоторых проб разложение будет проходить быстрее, если накануне провести предварительную реакцию, выдержав при комнатной температуре и добавив к ним кислоту.

7.3.4 Охлаждение

Для того чтобы снизить давление внутри сосуда для разложения, охлаждают неплотно закрытый сосуд, находящийся под давлением, до температуры, приближенной к температуре окружающей среды.

7.3.5 Подготовка исследуемого раствора

После охлаждения и открытия сосуда для разложения первоначально помещают его в вытяжной шкаф до исчезновения паров окислов азота (пока не исчезнут коричневые пары). Рекомендуется дегазировать раствор для разложения в ультразвуковой бане. Заполняют водой до установленного объема (исследуемый раствор) и вливают исследуемые растворы в сосуды, изготовленные из кварца (рекомендуется для определения содержания ртути), FEP или PFA.

Раствор для разложения должен быть чистым, и его объем должен быть точно таким же, как и до разложения. Если замечают снижение объема, то это указывает на то, что сосуд высокого давления закрыт не плотно, и в таких случаях повторяют разложение.

7.3.6 Холостой раствор

Чтобы проверить загрязненность, готовят холостой раствор реактивов, содержащий такое же количество кислот, как и раствор пробы, и доводят до 4 мл водой (в зависимости от веса исходной пробы), затем выполняют все этапы метода (7.3.1 – 7.3.5).

7.3.7 Эталонные пробы

Для осуществления аналитического контроля анализируют эталонные пробы, имеющие точно известное содержание определяемых элементов, одновременно с анализом всех серий проб. На эталонных пробах проводят все этапы метода, начиная с разложения.

7.4 Пример микроволнового разложения

При использовании сосудов вместимостью от 70 до 100 мл взвешивают от 1 до 2 г мяса или 3 г салата-латука (масса в сыром виде). Добавляют 3 мл азотной кислоты и 0,5 мл перекиси водорода, плотно закрывают сосуд для разложения и прижимные держатели соответствующим образом. В начале разложения применяют низкую микроволновую энергию и медленно повышают энергию до макси-

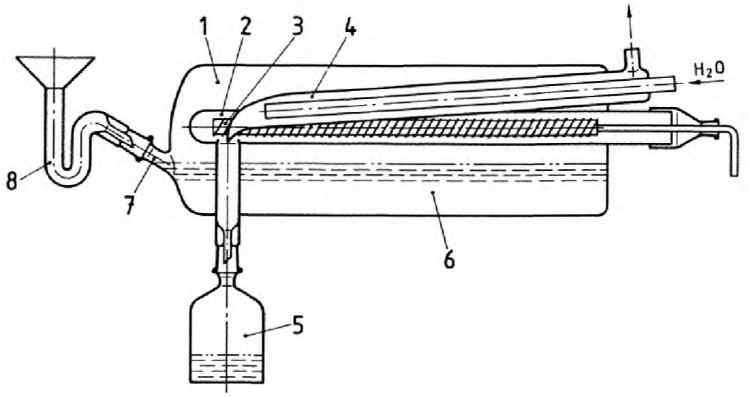
мальной мощности, например начинают со 100 Вт, повышают до 600 Вт, удерживают в течение 5 мин, повышают до 1000 Вт, удерживают в течение 10 мин, затем охлаждают в течение как минимум от 20 до 25 мин.

7.5 Пример разложения под высоким давлением методом озоления

При использовании сосуда вместимостью 70 мл взвешивают от 1 до 2 г мяса или 3 г салата-латука (масса в сыром виде). Добавляют 3 мл азотной кислоты и 0,5 мл перекиси водорода, плотно закрывают сосуд для разложения и прижимные держатели соответствующим образом, нагрев начинают с комнатной температуры до 150 ^{o}C в течение 60 мин, затем до температуры 300 ^{o}C в течение 40 мин и выдерживают температуру 300 ^{o}C в течение 90 мин до охлаждения.

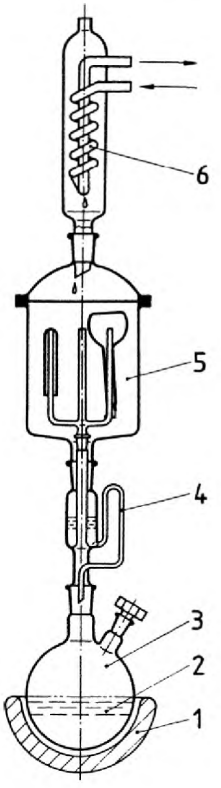
Приложение А
(справочное)

Рисунки аппаратов



1 – перегоночная камера; 2 – трубка из кварцевого стекла; 3 – нить накала;
4 – погружной охлаждающий термостат; 5 – флакон, содержащий очищенную кислоту;
6 – кислота, подвергаемая перегонке; 7 – соединительная часть; 8 – загрузочная воронка

Рисунок А.1 – Перегоночный аппарат из кварцевого стекла



1 – нагреватель; 2 – азотная кислота; 3 – круглодонная колба; 4 – сифон;
5 – испарительная камера; 6 – оросительный конденсатор

Рисунок А.2 – Выпаривающий аппарат

Библиография

[1] Knapp, G. Fresenius Z. Anal. Chem., 1984: 317, 213 – 219

[2] Würfels, M.; Jackwerth, E. Fresenius Z. Anal. Chem., 1985: 322, 354 – 358

[3] Erickson, B. Anal. Chem., 1998: 70, 467A – 471A

[4] Hoffmann, J. Fresenius Z. Anal. Chem., 1986: 325, 297

[5] Würfels, M.; Jackwerth, E.; Stoeppler, M. Fresenius Z. Anal. Chem., 1987: 329, 459 – 461

[6] Fecher, P.; Leibenzeder, M.; Zizek, C.; pp 83 – 90 «Applications of Plasma Source Mass Spectrometry II»; Ed. Holland G.; Eaton A.E.; Royal Society of Chemistry, Cambridge 1993
(Применение масс-спектрометрии с плазменным источником)

[7] Stoeppler, M.: Sampling and Sample Preparation, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1997
(Отбор проб и подготовка проб)

[8] Matter, L.: Elementspurenanalytik in biologischen Matrices; Spektrum Verlag Heidelberg 1997
(Анализ чистоты элементов в биологических матрицах)

[9] Fecher, P., Ruhnke, G.: Atomic Spectroscopy, 1998 : 19 (6), 204 –207
(Атомная спектроскопия)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту

Обозначение и наименование ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
EN 13804:2002 Продукты пищевые. Определение микроэлементов. Критерии характеристик, общие оценки и подготовка образца	IDT	СТБ EN 13804:2012 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Критерии эффективности, общие требования и подготовка проб

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 24.07.2012. Подписано в печать 12.09.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная. Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.- изд. л. 0,48 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru