ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ГОСТ Р 51429-2006

Соки фруктовые и овощные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НАТРИЯ, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ С ПОМОЩЬЮ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Сокі з садавіны і агародніны

МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ЗМЯШЧЭННЯ НАТРЫЮ, КАЛІЮ, КАЛЬЦЫЮ І МАГНІЮ З ДАПАМОГАЙ АТАМНА-АБСАРБЦЫЙНАЙ СПЕКТРАМЕТРЫІ

(ГОСТ Р 51429-99, IDT)

Издание официальное

Б3 12-2006



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.813.014:543.421(083.74)(476) МКС 67.080.01 КП 03 IDT

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

ОКП РБ 15.32.10

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 декабря 2006 г. № 65

3 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 51429-99 «Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания натрия, калия, кальция и магния с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии», разработанному на основе EN 1134:1994 «Соки овощные и фруктовые. Определение содержания натрия, калия, кальция и магния. Спектрофотометрический метод атомной абсорбции».

Разработан Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП).

Дополнительные требования, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

Официальные экземпляры национального стандарта Российской Федерации, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных государственных стандартов, приведены в дополнительном приложении Д.А

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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 2
4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Подготовка к проведению испытаний 2
7 Проведение испытаний 3
8 Обработка и оформление результатов 4
Приложение А (справочное) Библиография 6
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных государственных стандартов 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Соки фруктовые и овощные
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НАТРИЯ, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ С ПОМОЩЬЮ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Сокі з садавіны і агародніны
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ЗМЯШЧЭННЯ НАТРЫЮ, КАЛІЮ, КАЛЬЦЫЮ МАГНІЮ З ДАПАМОГАЙ АТАМНА-АБСАРБЦЫЙНАЙ СПЕКТРАМЕТРЫІ

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

Дата введения 2007-06-01

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4530-76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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 мясо-растительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

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

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

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

Примечание – При пользованием настоящим стандартом целесообразно проверить действие технических нормативных правовых актов в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА) по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то приложение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

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.

При необходимости в развитие настоящего стандарта разрабатываются в установленном порядке методики выполнения измерений.

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения – по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, высокого 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] и ТНПА 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] и ТНПА, х. ч.

Лантан хлористый 7-водный [3] и ТНПА, х. ч.

Кислота соляная – по ГОСТ 3118, х. ч.

Вода для лабораторного анализа категории 2 – по [4].

Допускается использование других средств измерений, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающими 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 ТНПА 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 ρ (Na^+) = 1,00 г/дм^3 и ρ (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 дм^3 и доводят объем содержимого водой до отметки.

Для приготовления исходных растворов кальция и магния массовой концентрации ρ (Ca^{++}) = 1 г/дм^3 и ρ (Mg^{++}) = 1 г/дм^3 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/дм^3, переносят в мерные колбы вместимостью 1 дм^3 и доводят объем содержимого водой до отметки.

Для приготовления исходного раствора хлорида цезия массовой концентрации ρ (CsCl) = 40 г/дм^3 навеску хлорида цезия массой 4,00 г растворяют в стакане в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем содержимого водой до отметки.

Для приготовления исходного раствора лантана массовой концентрации ρ (La^{+++}) = 50,0 г/дм^3 навеску хлорида лантана массой 13,40 г растворяют в стакане в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 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/дм^3, 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/дм^3, 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 см^3 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/дм^3, а в градуировочные растворы кальция и магния вносят исходный раствор лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в растворах составляла 5,0 г/дм^3.

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 см^3 (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 см^3 соляной кислоты c (HCl) = 4 моль/дм^3, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 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 см^3 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/дм^3, а при определении кальция и магния – исходный раствор лантана в таком количестве, чтобы массовая концентрация лантана в исследуемом растворе пробы составляла 5,0 г/дм^3.

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 среднее арифметическое 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 – среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, мг/дм^3 (мг/кг);
b – среднее арифметическое 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
[4] Международный стандарт ISO 3696:1987 (ИСО 3696:1987)	Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных государственных стандартов

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование национального стандарта Российской Федерации	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ГОСТ Р 51431-99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности	IDT	СТБ ГОСТ Р 51431-2006 Соки фруктовые и овощные. Метод определения относительной плотности
ГОСТ Р 51432-99 Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания золы	IDT	СТБ ГОСТ Р 51432-2006 Соки фруктовые и овощные. Метод определения содержания золы

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 30.01.2007. Подписано в печать 19.02.2007. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,28 Уч.- изд. л. 0,47 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru