ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ГОСТ Р 51430-2006

Соки фруктовые и овощные
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА

Сокі з садавіны і агародніны
СПЕКТРАФОТАМЕТРЫЧНЫ МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ЗМЯШЧЭННЯ ФОСФАРУ

(ГОСТ Р 51430-99, IDT)

Издание официальное

БЗ 12-2006



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.813:543.632.471(083.74)(476) МКС 67.080.01 КП 03 IDT

Ключевые слова: соки фруктовые и овощные, фосфор, определение содержания, метод спектрофотометрический

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 51430-99 «Соки фруктовые и овощные. Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора», разработанному на основе европейского стандарта ЕН 1136:1994 «Соки овощные и фруктовые. Определение содержания фосфора. Спектрофотометрический метод».

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 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 1
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 3
Приложение А (справочное) Библиография 5
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных государственных стандартов 6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Соки фруктовые и овощные СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА

Сокі з садавіны і агародніны СПЕКТРАФОТАМЕТРЫЧНЫ МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ЗМЯШЧЭННЯ ФОСФАРУ

Fruit and vegetable juices
Spectrophotometric method for determination of phosphorus content

Дата введения 2007-06-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки и подобные им продукты и устанавливает спектрофотометрический метод определения содержания (массовой концентрации и массовой доли) фосфора.

Диапазон определения массовой концентрации (массовой доли) фосфора – от 20 до 350 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 3765-78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4172-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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 пользовании 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 положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на проведении реакции фосфата с молибдатом в кислой среде с образованием молибдатофосфорного комплекса, последующем его избирательном восстановлении до молибденового голубого в присутствии аскорбиновой кислоты и спектрофотометрическом измерении оптической плотности окрашенного раствора, прямо пропорциональной содержанию фосфора в пробе.

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

Издание официальное

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 50 г, специального класса точности.

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

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 500 г, среднего класса точности.

Спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 720 нм, с допустимой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 %; кюветы стеклянные или кварцевые рабочей длиной 10 мм.

Цилиндр по ГОСТ 1770, вместимостью 100 $см^3$.

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

Пипетки по ГОСТ 29227, типа 2, исполнения 1, 1-го класса точности, вместимостью 1, 10 и 25 $см^3$.

Дозаторы пипеточные [1] переменного объема дозирования 0,005 – 0,040 $см^3$ и 0,040 – 0,200 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ± 1 %.

Баня водяная.

Аммоний молибденовокислый 4-водный (гептамолибдат аммония) по ГОСТ 3765, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., раствор молярной концентрации $c(HCl)$ = 2 моль/$дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = 1 моль/$дм^3$.

Кислота аскорбиновая, растворы массовой концентрации 3,53 г/$дм^3$ и 10 г/$дм^3$ (готовят в день использования).

Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х.ч.

Вода по [2], категории 2.

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

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб – по ГОСТ 26313.

5.2 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. Относительную плотность разбавленной пробы определяют по ГОСТ Р 51431 и найденное значение указывают в протоколе испытаний.

6 Подготовка к проведению испытаний

Для приготовления растворов, используемых при проведении испытаний, применяют только воду для лабораторного анализа категории 2 по [2].

6.1 Приготовление раствора гептамолибдата аммония

Навеску гептамолибдата аммония массой 2 г растворяют в 60 $см^3$ воды при температуре 60 °С. Раствор охлаждают до температуры 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят водой до отметки. Срок годности полученного раствора 15 сут при хранении в защищенном от света месте.

6.2 Приготовление основного раствора фосфора

Навеску двузамещенного 12-водного фосфата натрия массой 11,5627 г переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$. В колбу вносят 100 $см^3$ воды, добиваются полного растворения кристаллов соли, после чего объем содержимого доводят водой до отметки. Получают основной раствор фосфора массовой концентрации 1,00 г/$дм^3$. Срок годности полученного раствора – 1 мес.

7 Проведение испытаний

7.1 Приготовление раствора пробы

Проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 $см^3$ (при испытаниях соков с высоким содержанием мякоти массой 25 г) минерализуют по ГОСТ Р 51432. Золу растворяют в 2 – 3 $см^3$ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем содержимого колбы водой до отметки.

7.2 Приготовление растворов для спектрофотометрического анализа

Для спектрофотометрического анализа готовят градуировочные растворы и растворы пробы.

При проведении испытаний настоящим методом закон Ламберта – Бера соблюдается для массовых концентраций фосфора от 0,1 до 1,5 $мг/дм^3$.

Для приготовления градуировочных растворов указанного выше диапазона массовых концентраций фосфора в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ пипеточным дозатором вносят от 0,01 до 0,15 $см^3$ основного раствора фосфора.

Для приготовления раствора пробы в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят аликвоту раствора минерализованной пробы. Объем аликвоты рассчитывают по разделу 8, исходя из предполагаемого содержания фосфора в соке и диапазона массовых концентраций фосфора в градуировочных растворах.

Содержимое колб для градуировочных растворов и для растворов пробы доводят водой примерно до половины объема. В колбы последовательно вносят 20 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации 1 $моль/дм^3$, 4,0 $см^3$ раствора гептамолибдата аммония и 2,0 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты концентрации 3,53 $г/дм^3$ – при испытаниях фруктовых соков и 10 $г/дм^3$ – при испытаниях овощных соков, предположительно содержащих нитраты, способные влиять на ход реакции. Колбы с содержимым выдерживают на кипящей водяной бане в открытом состоянии в течение 15 мин, после чего охлаждают до комнатной температуры и объем содержимого доводят водой до отметки.

7.3 Спектрофотометрический анализ

Измеряют оптическую плотность градуировочных растворов и раствора пробы на спектрофотометре при длине волны 720 нм в кюветах рабочей длиной 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Оптическая плотность исследуемых растворов стабильна в течение 3 ч.

Анализ градуировочных растворов проводят непосредственно перед анализом каждой серии растворов проб.

8 Обработка и оформление результатов

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массовой концентрации фосфора в градуировочных растворах.

По градуировочному графику находят значение массовой концентрации фосфора в растворе пробы, соответствующее измеренной оптической плотности раствора пробы.

Массовую концентрацию фосфора в пробе x_1, $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{cV_1V_2}{V_3V_4}, \quad (1)$$

где c – массовая концентрация фосфора в растворе пробы для спектрофотометрического анализа, определенная по градуировочному графику, $мг/дм^3$;

V_1 – объем приготовленного по 7.2 раствора пробы для спектрофотометрического анализа, $см^3$;

V_2 – объем раствора минерализованной пробы по 7.1, $см^3$;

V_3 – объем аликвоты раствора минерализованной пробы, взятой для приготовления раствора для спектрофотометрического анализа, $см^3$;

V_4 – объем пробы продукта, взятый для минерализации, $см^3$.

Массовую долю фосфора в пробе x_2, мг/кг, вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{cV_1V_2}{V_3m}, \quad (2)$$

где m – масса навески пробы, взятой для минерализации, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Относительное 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 4,7 % (P = 0,95). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

Относительное расхождение между результатами двух определений, выполненных в двух лабораториях при анализе одной и той же пробы, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости 14 % (P = 0,95).

Пределы относительной погрешности определения массовой концентрации (массовой доли) фосфора при соблюдении условий, регламентируемых настоящим стандартом, не превышают ± 10 % (P = 0,95).

При необходимости массовую концентрацию или массовую долю фосфора пересчитывают в массовую концентрацию или массовую долю фосфатов умножением на 3,066.

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;

– результаты 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 настоящем стандарте, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 64-13329-81	Дозаторы пипеточные
[2] 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 06.03.2007 Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.- изд. л. 0,37 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