ГОСТ 30615-99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод определения фосфора

Издание официальное

Межгосударственный совет
по стандартизации, метрологии и сертификации
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским конструкторско-технологическим институтом пищевой промышленности Молдовы

ВНЕСЕН Департаментом по стандартам, метрологии и техническому надзору ("Moldova-Standard")

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28 мая 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 июня 2002 г. № 31 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 января 2003 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЫРЬЕ И ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Метод определения фосфора

STUFF AND FOOD PRODUCTS
Method of determination of phosphorus

Дата введения 2003-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сырье и продукты пищевые и устанавливает метод определения фосфора.

Метод заключается в сухой минерализации пробы, растворении золы, проведении цветной реакции с молибден-ванадиевым реактивом и измерении интенсивности желтого окрашивания раствора $л = (440 \pm 5)$ нм с помощью фотоэлектроколориметра или спектрофотометра.

Присутствие макро- и микроэлементов не мешает определению.

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 4198-75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9336-75 Реактивы. Аммоний ванадиевокислый мета. Технические условия

ГОСТ 14919-83* Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие 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 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

3 Метод отбора и подготовки проб

3.1 Отбор проб – по ГОСТ 26313.

3.2 Подготовка проб – по нормативным документам.

---

* На территории Республики Беларусь действует СТБ 1324-2002.

4 Аппаратура, материалы, реактивы

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима до 150 °С с погрешностью ± 5 °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Эксикатор по ГОСТ 25336 исполнения 2.

Колориметр фотоэлектрический с устройством для отсчитывания оптической плотности и светофильтром с $\lambda = (440 \pm 5)$ нм или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнения 1 вместимостью 50, 100, 1 000 $см^3$ 2 класса точности.

Пипетки по ГОСТ 29169 номинальной вместимостью 2, 5, 10 $см^3$.

Стаканы по ГОСТ 25336 типа В или Н исполнения 1 или 2 номинальной вместимостью 50, 1 000 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., концентрированная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор (1 : 1) и раствор концентрации 25 $г/дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., концентрированная и раствор (1 : 9).

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, х. ч.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, ч. д. а.

Примечание – Допускается применять аппаратуру, материалы и реактивы с техническими характеристиками не ниже указанных.

5 Подготовка к испытанию

5.1 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 25 $г/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ вносят 67,4 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой.

5.2 Приготовление основного стандартного раствора фосфора массовой концентрации 1 $г/дм^3$

Раствор готовят из фосфорнокислого однозамещенного калия, предварительно высушенного до постоянной массы в сушильном шкафу при 104 °С или в эксикаторе над концентрированной серной кислотой. Навеску 4,3930 г KH_2PO_4, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды.

5.3 Приготовление раствора ванадиевокислого аммония массовой концентрации 2,5 $г/дм^3$ (раствор А)

2,5 г ванадиевокислого аммония растворяют в 500 $см^3$ кипящей воды. После охлаждения раствора в него вносят 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Объем раствора доводят до 1 $дм^3$ дистиллированной водой, перемешивают.

5.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 100 $г/дм^3$ (раствор Б)

100 г молибденовокислого аммония растворяют в 500 $см^3$ воды, подогретой до 50 °С. Раствор охлаждают до комнатной температуры, затем осторожно при перемешивании стеклянной палочкой вносят 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Перемешивание продолжают до достижения раствором комнатной температуры, доводят его объем до 1 $дм^3$ дистиллированной водой, перемешивают.

5.5 Приготовление молибден-ванадиевого раствора

Реактив готовят смешиванием равных объемов растворов А и Б. Полученный реактив годен в течение месяца.

5.6 Приготовление контрольного раствора и построение градуировочного графика

5.6.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 5 см^3 основного стандартного раствора фосфора массовой концентрации 1 г/дм^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Рабочий раствор готовят в день построения градуировочного графика.

5.6.2 При проведении испытаний на спектрофотометре в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 1, 2, 3, 4, 5, 6 см^3 рабочего стандартного раствора фосфора, приготовленного по 5.6.1, что соответствует 100, 200, 300, 400, 500, 600 мкг фосфора, добавляют воду до 10 см^3. В каждую колбу вносят по 10 см^3 молибден-ванадиевого раствора, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

При проведении изменений на фотоэлектроколориметре в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 рабочего стандартного раствора фосфора, приготовленного по 5.6.1, что соответствует 50, 100, 150, 200, 250, 300 мкг фосфора, и далее проводят испытания по 5.6.2.

Растворы выдерживают 30 мин при температуре 20 – 30 °С и измеряют оптическую плотность по отношению к контрольному раствору, который готовят по 5.6.2, но без добавления раствора фосфора.

Измерения проводят на спектрофотометре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при $л_{max}$ = (440 ± 5) нм или на фотоэлектроколориметре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм со светофильтром с $л_{max}$ = (440 ± 5) нм.

5.6.3 Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс значения концентрации фосфора в мкг, по оси ординат – соответствующее им значение оптической плотности.

6 Проведение испытания

6.1 Золу, полученную по 3.2, растворяют в 5 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1) при нагревании на кипящей водяной бане и раствор упаривают до влажных солей, к осадку в чашке добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм^3 и нагревают на кипящей водяной бане в течение 5 – 10 мин. После охлаждения содержимое чашки количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором соляной кислоты массовой концентрации 25 г/дм^3 .

Аналогично готовят контрольную пробу, используя те же объемы растворов и последовательность их добавления, что и при растворении золы.

Раствор перемешивают.

6.2 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают точное количество (от 1 до 4 см^3) раствора, приготовленного по 6.1, добавляют воду до 10 см^3, 10 см^3 молибден-ванадиевого реактива, доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют по 5.6.2 по сравнению с контрольным раствором.

6.3 По полученному значению оптической плотности по градуировочному графику находят массу фосфора в мкг.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю фосфора X, мг, на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \times V_0}{m \times V \times 10},$$

где: m_1 – масса фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг;

V_0 – общий объем минерализата, см^3;

V – объем минерализата, взятый для испытания, $см^3$;

10 – коэффициент пересчета на 100 г продукта;

m – масса навески образца, г.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

7.2 За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $P = 0,95$.

УДК 664.8/9:006.354 МКС 67.050 Н08 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: стандарты, метод определения фосфора, колориметр фотоэлектрический, спектрофотометр, пищевые продукты, сырье

Ответственный за выпуск *И.А.Воробей*

Сдано в набор 31.10.2002. Подписано в печать 11.11.2002. Формат бумаги А4
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л 0,46 Усл. кр.- отт. 0,46 Уч.- изд. л. 0,22 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия ЛВ № 231 от 04.03.98. Лицензия ЛП № 408 от 25.07.2000
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru