МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 9526— 2017

ФРУКТЫ, ОВОЩИ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Определение содержания железа методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

(ISO 9526:1990, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт технологии консервирования» (ФГБНУ «ВНИИТеК») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2017 г. № 100-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 сентября 2017 г. № 992-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 9526—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9526:1990 «Фрукты, овощи и продукты их переработки. Определение содержания железа спектрометрическим методом атомной абсорбции в пламени» («Fruits, vegetables and derived products; determination of iron content by flame atomic absorption spectrometry», IDT).

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного стандарта соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1990 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Поправка к ГОСТ ISO 9526—2017 Фрукты, овощи и продукты их переработки. Определение содержания железа методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФРУКТЫ, ОВОЩИ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Определение содержания железа методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Fruits, vegetables and derived products. Determination of iron content by flame atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии для определения содержания железа во фруктах, овощах и продуктах их переработки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 5515:1979, Fruits, vegetables and derived products. Decomposition of organic matter prior to analysis. Wet method (Фрукты, овощи и продукты их переработки. Разложение органического вещества перед анализом. Влажный метод)

3 Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися в результате распыления анализируемой пробы в пламени ацетилен-воздух.

4 Реактивы

Используют реактивы только установленной аналитической чистоты, не содержащие железа; дистиллированная вода должна быть двойной перегонки, полученная в аппарате из боросиликатного стекла или равноценной чистоты.

4.1 Серная кислота, концентрированная (ρ_{20} = 1,84 г/см^3).

4.2 Азотная кислота, концентрированная (ρ_{20} = 1,38 г/см^3).

4.3 Соляная кислота, разбавленная 1:1 (по объему).

Перемешивают один объем концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) с одним объемом воды.

4.4 Соляная кислота, раствор молярной концентрацией примерно 0,1 моль/дм^3.

В мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 добавляют 8,3 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3), доводят до метки водой и перемешивают.

4.5 Железо, основной раствор, содержащий 1 г железа на 1000 см^3.

В мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 см^3 растворяют 7,022 г сульфата железа(II)-диаммония 6-водного [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] и доводят до метки водой.

Раствор хранят в колбе из боросиликатного стекла с притертой пробкой.

1 см^3 данного стандартного раствора содержит 1 мг Fe.

Издание официальное

5 Аппаратура

Перед применением промывают чашки и лабораторную стеклянную посуду концентрированной азотной кислотой, нагретой до температуры 70 °С—80 °С, и споласкивают дистиллированной водой двойной перегонки.

5.1 Механический гомогенизатор, внутренняя сторона и лопасти которого покрыты политетрафторэтиленом.

5.2 Круглодонная колба вместимостью 1000 $см^3$.

5.3 Чашки, изготовленные из платины или кварца, диаметром 70 мм.

5.4 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 50 $см^3$.

5.5 Пипетки для приготовления градуировочных растворов.

5.6 Фильтры бумажные обеззоленные.

5.7 Водяная баня.

5.8 Муфельная электрическая печь, обеспечивающая регулируемый нагрев до температуры (525 ± 25) °С.

5.9 Атомно-абсорбционный спектрометр, оснащенный горелкой для воздушно-ацетиленового пламени, обеспечивающий измерения сигнала абсорбции при длине волны 248,3 нм.

5.10 Инфракрасная лампа или, в ее отсутствие, горелка Бунзена.

5.11 Аналитические весы.

6 Подготовка пробы для анализа

Тщательно перемешивают лабораторную пробу, если необходимо, сначала удаляют семена и жесткие стенки кожуры, затем измельчают на механическом гомогенизаторе (см. 5.1).

Замороженные продукты и продукты глубокой заморозки предварительно размораживают в закрытом сосуде, а образующуюся при этом жидкую часть возвращают обратно в продукт перед его перемешиванием.

7 Проведение анализа

7.1 Проба для анализа

Взвешивают от 5 до 10 г пробы (см. раздел 6) с точностью до 0,01 г в соответствии с видом продукта.

7.2 Минерализация

Минерализацию проводят сухим или влажным методом.

7.2.1 Минерализация сухим методом

Вносят пробу для анализа (см. 7.1) в одну из чашек (см. 5.3), затем помещают на кипящую водяную баню (см. 5.7).

Выпаривают досуха. Проводят предварительное разложение органических соединений с помощью инфракрасной лампы (см. 5.10) или, в отсутствие лампы, используют горелку Бунзена и продолжают минерализацию в электрической муфельной печи (см. 5.8), в которой поддерживается температура (525 ± 25) °С, пока полученная зола не приобретет белый цвет. Если сохраняются обугленные частицы, добавляют несколько капель азотной кислоты (см. 4.2) в золу, выпаривают досуха на кипящей водяной бане и затем обратно помещают чашку с содержимым в муфельную печь. Растворяют золу примерно в 1—2 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 4.3), добавляют примерно 20 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют чашку на кипящей водяной бане, пока не начнется испарение. Добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 4.4) и нагревают на водяной бане примерно 5 мин.

Фильтруют через беззольный фильтр (см. 5.6) и собирают фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с одной меткой (см. 5.4). Споласкивают чашку и бумажный фильтр несколько раз, используя от 5 до 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 4.4), и собирают смывы в ту же мерную колбу. Доводят до метки раствором соляной кислоты (см. 4.4) и перемешивают.

7.2.2 Минерализация влажным методом

Помещают пробу для анализа (см. 7.1) в круглодонную колбу (см. 5.2). Если проба для анализа содержит этиловый спирт, то его удаляют выпариванием.

Добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты (см. 4.2), нагревают, затем осторожно добавляют 5 $см^3$ серной кислоты (см. 4.1)[1]. Затем продолжают в соответствии с ISO 5515:1979 (пункт 6.3.1, со второго по восьмой абзац).

После завершения минерализации, разбавляют раствор небольшим количеством воды, фильтруют через беззольный фильтр (см. 5.8) и собирают фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с одной меткой (см. 5.4). Споласкивают круглодонную колбу и фильтр небольшим количеством воды в мерную колбу с одной меткой, перемешивают, дают охладиться и доводят до метки водой. Раствор перемешивают.

7.2.3 Холостой опыт

Выполняют холостой опыт, применяя ту же самую процедуру минерализации (см. 7.2.1 или 7.2.2), используя вместо пробы для анализа (см. 7.1) 10 $см^3$ воды.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Минерализация сухим методом

7.3.1.1 Построение градуировочной зависимости

Разбавляют основной раствор железа (см. 4.5) раствором соляной кислоты (см. 4.4), чтобы получить четыре раствора с массовой концентрацией железа 0,4, 0,8, 1,2 и 1,6 мг/$дм^3$ соответственно.

Каждый из этих растворов по очереди вводят в пламя горелки спектрометра (см. 5.9) с такой скоростью, чтобы получить максимальное значение сигнала абсорбции для раствора с массовой концентрацией железа 1,6 мг/$дм^3$.

Следят за тем, чтобы скорость ввода оставалась постоянной в процессе построения градуировочной зависимости. После каждого измерения через горелку пропускают воду. Записывают соответствующие значения сигнала абсорбции и строят градуировочную зависимость.

7.3.1.2 Ввод раствора пробы

Вводят в пламя горелки спектрометра (см. 5.9) с одинаковой скоростью, соответствующей в 7.3.1.1, анализируемый раствор, полученный по 7.2.1, и холостой раствор, полученный по 7.2.3. Записывают соответствующие значения сигнала абсорбции.

Если оптическая плотность анализируемого раствора выше, чем у самого концентрированного раствора, использованного для построения градуировочной зависимости, его разбавляют раствором соляной кислоты (см. 4.4) и измеряют значение сигнала абсорбции.

Оптическая плотность холостого раствора должна быть не более 0,002.

7.3.2 Минерализация влажным методом

7.3.2.1 Построение градуировочной зависимости

Разбавляют основной раствор железа (см. 4.5) раствором соляной кислоты (см. 4.4), чтобы получить четыре раствора с массовой концентрацией железа 4, 8, 12 и 16 мг/$дм^3$ соответственно.

В четыре мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ с одной меткой (см. 5.4) помещают по 5 $см^3$ каждого из приготовленных растворов (каждый в отдельную колбу), добавляют примерно 35 $см^3$ воды, затем 5 $см^3$ серной кислоты (см. 4.1). Перемешивают, дают охладиться, разбавляют до метки водой и снова перемешивают. Массовая концентрация железа в этих растворах будет 0,4, 0,8, 1,2 и 1,6 мг/$дм^3$ соответственно.

Каждый из этих растворов по очереди вводят в пламя горелки спектрометра (см. 5.9) с такой скоростью, чтобы получить максимальное значение сигнала абсорбции для раствора с массовой концентрацией железа 1,6 мг/$дм^3$.

Следят за тем, чтобы скорость ввода оставалась постоянной в процессе построения градуировочной зависимости. После каждого измерения через горелку пропускают воду.

Записывают соответствующие значения сигнала абсорбции и строят градуировочный график.

7.3.2.2 Ввод раствора пробы

Вводят в пламя горелки спектрометра (см. 5.9) с одинаковой скоростью, соответствующей использованной в 7.3.2.1, раствор, полученный по 7.2.2, и холостой раствор, полученный по 7.2.3. Записывают соответствующие значения сигнала абсорбции.

Если сигнал абсорбции анализируемого раствора выше, чем у самого концентрированного раствора, использованного для построения градуировочной кривой, то его разбавляют раствором серной кислоты с объемной долей 10 % и повторно измеряют значение сигнала абсорбции.

Оптическая плотность холостого раствора должна быть не более 0,002.

---

[1] Допускается добавлять 10 $см^3$ серной кислоты. В этом случае концентрации серной кислоты, используемые для построения градуировочной кривой (см. 7.3.2.1), необходимо изменить соответственно.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисление

Содержание (массовую долю) железа в пробе продукта C, мг/кг, вычисляют по формуле

$$C = \frac{c_1 - c_2}{m_0} \cdot 50,$$

где c_1 — массовая концентрация железа в анализируемом растворе, вычисленная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

c_2 — массовая концентрация железа в холостом растворе, вычисленная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

m_0 — масса пробы продукта, г.

Если анализируемый раствор был разбавлен, при вычислении учитывают коэффициент разбавления.

При необходимости пересчета на содержание железа в сухом продукте при вычислении учитывают содержание влаги в пробе.

8.2 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одним и тем же специалистом на одной и той же пробе, не должно превышать 10 % (относительных) от среднего значения.

9 Протокол испытаний

В протоколе должны быть указаны использованный метод и полученные результаты измерений. Также необходимо указывать все подробности проведения измерений, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, наряду с подробным описанием любых отклонений, которые могли повлиять на результаты.

Протокол испытания должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 5515:1979	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

УДК 664.841:664.851:543.06:006.354 МКС 67.080.01

Ключевые слова: фрукты, овощи, продукты переработки, железо, содержание, атомно-абсорбционный спектрометр, минерализация

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.11.2019. Подписано в печать 05.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru