Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье

Методические указания
МУК 4.1.3217—14

Издание официальное

Москва • 2014

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье

Методические указания
МУК 4.1.3217—14

ББК 51.23
О60

О60 **Определение** фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—11 с.

ISBN 978—5—7508—1356—8

1. Разработаны: ФГБУН «НИИ питания» (В. А. Тутельян, Л. В. Шевякова); ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора (В. Г. Сенникова, В. В. Мордвинова, Е. С. Шальнова, А. А. Гарбузова, В. Н. Малхожева); ГБОУ ДПО «Российская медицинская академия последипломного образования» Минздрава России (М. С. Орлов).

2. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 22 августа 2014 г.

3. Аттестованы ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора в соответствии с ГОСТ Р 8.563—2009, свидетельство об аттестации № РОСС RU.0001.310430/0203.14.07.14 от 14.07.2014.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1356—8

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
22 августа 2014 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье

Методические указания МУК 4.1.3217—14

Настоящие методические указания распространяются на сырье и продукты пищевые и устанавливают метод определения фосфора с последующим пересчетом на фосфаты (P_2O_5).

Методические указания носят рекомендательный характер.

1. Метод измерений

Метод заключается в сухой минерализации пробы, растворении золы, проведении цветной реакции с молибден-ванадиевым реактивом и измерении интенсивности желтого окрашивания раствора на спектрофотометре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при длине волны λ_{max} = 436 нм или с помощью фотоэлектроколориметра в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм со светофильтром λ_{max} = 440,5 нм.

Присутствие макро- и микроэлементов не мешает определению.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

2.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ Р 53228—08
Колориметр фотоэлектрический с устройством для отсчитывания оптической плотности и	

светофильтром с λ_{max} = 440,5 нм или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

2.2. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Кислота азотная, хч, концентрированная	ГОСТ 4461
Кислота соляная, хч, раствор (1 : 1) и раствор концентрации 25 г/дм^3	ГОСТ 3118
Кислота серная, хч, концентрированная раствор (1 : 9)	ГОСТ 4204
Калий фосфорно-кислый однозамещенный, хч	ГОСТ 4198
Аммоний ванадиево-кислый мета, хч	ГОСТ 9336
Аммоний молибденово-кислый, чда	ГОСТ 3765

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

2.3. Вспомогательные устройства, материалы

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима до 150 °С с погрешностью ± 5 °С	
Электроплитка бытовая	ГОСТ 14919
Баня водяная	
Эксикатор исполнения 2	ГОСТ 25336
Колбы мерные исполнения 1 вместимостью 50, 100, 1 000 см^3 2 класса точности	ГОСТ 1770
Пипетки номинальной вместимостью 2, 5, 10 см^3	ГОСТ 29169
Стаканы типа В или Н исполнения 1 или 2 номинальной вместимостью 50, 1 000 см^3	ГОСТ 25336

Примечание. Допускается использование вспомогательных средств измерений, устройств и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

3. Требования техники безопасности

3.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019—2009, а также требования, изложенные в технической документации на фотоэлектроколориметр и спектрофотометр.

3.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07. Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

4. Требования к квалификации персонала

К выполнению измерений допускают специалиста, прошедшего обучение, освоившего методику, владеющего техникой, имеющего опыт работы на фотоколориметре, спектрофотометре.

5. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

• выполнение измерений на фотоколориметре, спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к приборам.

6. Метод отбора и подготовки проб

6.1. Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ 26313.

6.2. Подготовка проб проводится способом сухой минерализации в соответствии с ГОСТ 26929—94.

Рекомендуемые величины массы навески указаны в табл. 1.

Таблица 1

Масса навески продукта

Пищевые продукты и продовольственное сырье	Масса навески, г
Зерно и продукты его переработки	3—5
Мясо, птица, продукты из них	5
Рыба, рыбные консервы	5
Яйцепродукты жидкие	5
Яйцепродукты сухие	1—2
Молоко	10
Творог, сухие молочные продукты, сыры	1—2
Овощи, фрукты, фруктовые и овощные консервы	25
Кондитерские изделия	2—10
Жиры и масла	1—2

7. Подготовка к испытанию

7.1. 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.

7.2. Приготовление основного стандартного раствора фосфора массовой концентрации 1 г/дм^3

Раствор готовят из фосфорно-кислого 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.

7.3. Приготовление раствора аммония ванадиево-кислого массовой концентрации 2,5 г/дм^3 (раствор А)

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

7.4. Приготовление раствора аммония молибденово-кислого массовой концентрации 100 г/дм^3 (раствор Б)

В 500 см^3 воды, подогретой до 50 °С, растворяют 100 г молибденово-кислого аммония. 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.

7.5. Приготовление молибден-ванадиевого раствора

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

7.6. Приготовление контрольного раствора и построение градуировочного графика

7.6.1. 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 переме-

шивают. Рабочий раствор готовят в день построения градуировочного графика.

7.6.2. 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 п. 7.6.1, 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 п. 7.6.1, что соответствует 50, 100, 150, 200, 250, 300 мкг фосфора, и далее проводят испытания по п. 7.6.2.

Растворы выдерживают 30 мин при температуре 20—30 °С и измеряют оптическую плотность по отношению к контрольному раствору, который готовят по п. 7.6.2, но без добавления раствора фосфора.

Измерения проводят на спектрофотометре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при λ_{max} = 436 нм или на фотоэлектроколориметре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм со светофильтром с λ_{max} = 440,5 нм.

7.6.3. Построение градуировочного графика.

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

8. Проведение испытания

8.1. Золу, полученную по п. 6.2, 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.

8.2. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают точное количество (от 1 до 4 см^3) раствора, приготовленного по п. 8.1, 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 п. 7.6.2 по сравнению с контрольным раствором.

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

9. Обработка результатов

9.1. Массовую долю фосфора C, мг/100 г продукта вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V}{10 \cdot V_1 \cdot M}, \text{ где} \qquad (1)$$

m – масса фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг;

V – общий объем минерализата, см^3;

V_1 – аликвотный объем минерализата, взятый для испытания, см^3;

10 – коэффициент пересчета в мг/100 г;

M – навеска образца, г.

9.2. Массовую долю фосфатов (P_2O_5) C_1, мг/100 г продукта вычисляют по формуле:

$$C_1 = 2{,}29 \cdot C, \text{ где} \qquad (2)$$

C – массовая доля фосфора, найденная по п. 9.1;

2,29 – коэффициент пересчета фосфора на фосфаты (P_2O_5).

10. Оформление результатов измерений

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

$$C_1 \pm \Delta; \text{ мг/100 г } (P = 0{,}95), \text{ где}$$

$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot C_1$ значение показателя точности по табл. 2.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

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

11. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

11.1. Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Значения характеристик погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности $P = 0,95$

Определяемый показатель	Диапазон измерений, мг/100 г	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r(\delta)$,%	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R(\delta)$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ, %
Фосфаты	Менее 50	15	21	42
	От 50 до 300	10	14	28
	Свыше 300	5	7	14

12. Контроль точности результатов измерений

12.1. Обеспечение достоверности измерений в пределах лаборатории организуют и проводят путем проведения проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости, оперативного контроля процедуры измерений и контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12.2. Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности.

Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности (в пределах одной лаборатории, разными операторами, в разное время), проводят по результатам измерений массовой концентрации определяемого элемента в образцах с одинаковым содержанием элемента.

Результаты измерений признают приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{2 \cdot \left| \overline{C}_1 - \overline{C}_2 \right|}{(\overline{C}_1 + \overline{C}_2)} \cdot 100\ \% \leq R\text{, где} \qquad (3)$$

$\overline{C_1}$ и $\overline{C_2}$ – результаты измерений массовой концентрации определяемого элемента, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, т. е. в одной лаборатории в разное время, разными операторами, мг/100 г;

R – предел внутрилабораторной прецизионности, %.

Значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в табл. 3.

Таблица 3

Значения пределов повторяемости, внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности $P = 0,95$

Определяемый показатель	Диапазон измерений, мг/100г	Предел повторяемости (для двух результатов измерений), r, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений), R, %
Фосфаты	Менее 50	41	58
	От 50 до 300	28	39
	Свыше 300	14	19

Если условие (3) не выполнено, процедуру повторяют. При повторном превышении предела внутрилабораторной прецизионности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3. Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода добавок.

Образцами для контроля процедуры измерений являются образцы для исследования с внесенными в них добавками раствора определяемого элемента, подготовленные в соответствии с п. 7.6.2.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = |\overline{C'} - \overline{C} - C_д|, \text{ где} \qquad (4)$$

$\overline{C'}$ – результат измерений массовой концентрации элемента в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, мг/100 г;

$\overline{C}$ – результат измерений массовой концентрации элемента в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, мг/100 г;

$C_д$ – величина введенной добавки, мг/100 г.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{C'}} + \Delta^2_{\overline{C}}}\text{, где} \quad (5)$$

$\Delta_{\overline{C'}}$, $\Delta_{\overline{C}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации элемента в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно, рассчитанные по формулам:

$$\Delta_{\overline{C'}} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C'}, \quad (6)$$

$$\Delta_{\overline{C}} = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \quad (7)$$

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \quad (8)$$

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Определение фосфатов в пищевых продуктах и продовольственном сырье

Методические указания
МУК 4.1.3217—14

Редактор Н. В. Кожока
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 28.11.14

Формат 60x84/16 Усл. печ. л. 0,70
Тираж 200 экз. Заказ 78

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 8(495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru