ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17240— 2010

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания олова

Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

ISO 17240:2004
Fruit and vegetable products — Determination of tin content — Method using flame atomic absorption spectrometry (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИКОП Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки фруктов, овощей и грибов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2010 г. № 567-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17240:2004 «Продукты переработки фруктов и овощей. Определение содержания олова. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии» (ISO 17240:2004 «Fruit and vegetable products — Determination of tin content — Method using flame atomic absorption spectrometry»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2012 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2011
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Сущность метода 1
3 Реактивы 1
4 Приборы и оборудование 1
5 Отбор проб 2
6 Порядок выполнения анализа 2
7 Обработка результатов 3
8 Прецизионность измерений 3
9 Правила оформления результатов испытаний 3
Библиография 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Определение содержания олова. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Fruit and vegetable products. Determination of tin content.
Method using flame atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания олова в продуктах переработки фруктов и овощей с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии в диапазоне содержаний от 10 до 500 мг/кг. Методика применима для анализа продуктов с общим содержанием сухих веществ не более 30 % при использовании навески пробы массой, оговоренной в методике. Анализ продуктов с более высоким содержанием сухих веществ возможен при условии использования для анализа меньшего количества пробы, при этом пробу предварительно разбавляют деионизированной водой в соответствующее число раз.

Примечание — В основу настоящей методики положен метод [1].

2 Сущность метода

Метод основан на разложении матрицы пробы соляной кислотой при температуре 80 °С и количественном определении олова в полученном растворе с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии.

3 Реактивы

При проведении анализа используют реактивы только признанной аналитической чистоты и деионизированную воду или воду, соответствующую по чистоте деионизированной.

3.1 Кислота соляная концентрированная ρ_{20} = 1,19 г/см^3.

3.2 Кислота соляная, раствор массовой концентрацией *c* = 6 моль/дм^3

50 см^3 соляной кислоты (см. 3.1) разбавляют водой до объема 100 см^3.

3.3 Олово, стандартный раствор массовой концентрацией 1,0 мг/см^3.

4 Приборы и оборудование

Для проведения анализа используют лабораторные приборы и оборудование, в частности, перечисленные ниже.

4.1 Механический измельчитель проб, внутренняя поверхность и ножи которого покрыты политетрафторэтиленом (ПТФЭ).

4.2 Блочный термостат или другое устройство, обеспечивающее быстрый нагрев и поддержание заданной температуры с точностью ± 3 °С.

Издание официальное

4.3 Атомно-абсорбционный спектрометр, укомплектованный горелкой, для работы с пламенем на основе смеси закиси азота и ацетилена (оксид азота (III) — ацетилен) рабочей длиной 5 см, пригодный для измерения абсорбции при длине волны 235,5 нм.

4.4 Источник резонансного излучения олова (лампа с полым катодом или безэлектродная лампа высокочастотного разряда).

Примечание — Использование лампы высокочастотного разряда обеспечивает существенное снижение предела обнаружения олова.

4.5 Фильтровальная бумага (черная лента) или соответствующая ей по качеству.

4.6 Весы аналитические.

5 Отбор проб

Проба, поступающая в лабораторию, должна быть представительной. Не допускается порча или изменение свойств пробы при транспортировании и хранении.

6 Порядок выполнения анализа

6.1 Подготовка пробы

Пробу тщательно перемешивают. При необходимости из пробы предварительно удаляют косточки, плодоножки и жесткие оболочки семенных камер, после чего пробу измельчают в измельчителе (см. 4.1).

6.2 Проба для анализа

Около 5 г пробы, измеренной с точностью до 0,001 г, помещают в стеклянную пробирку, пригодную для установки в блочный термостат (см. 4.2), или непосредственно в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$.

6.3 Разложение пробы

В сосуд с навеской пробы добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 3.2). Полученную смесь помещают в предварительно разогретый блочный термостат или на водяную баню и выдерживают при температуре (80 ± 3) °С в течение 60 мин, за это время смесь перемешивают три или четыре раза. Далее полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, после охлаждения до комнатной температуры объем содержимого доводят до метки водой. Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр (см. 4.5), фильтрат используют для спектрометрических измерений. Анализ рекомендуется проводить в течение 5—6 ч после его приготовления, в противном случае раствор следует хранить в герметично укупоренной пластмассовой колбе.

6.4 Приготовление холостого раствора

В пробирку или мерную колбу помещают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (см. 3.2), дальнейшие операции с этим раствором проводят в полном соответствии с процедурой разложения пробы по 6.3.

6.5 Проведение анализа

6.5.1 Построение градуировочного графика

Готовят требуемое число градуировочных растворов в диапазоне массовых концентраций олова от 3,0 до 200мг/$дм^3$ при использовании в качестве источника резонансного излучения лампы с полым катодом и от 1,0 до 200 мг/$дм^3$ при использовании лампы высокочастотного разряда. Градуировочные растворы готовят путем разбавления водой стандартного раствора олова (см. 3.3) с добавлением концентрированной соляной кислоты из расчета 10 $см^3$ кислоты на 100 $см^3$ градуировочного раствора.

Проверку атомно-абсорбционного спектрометра проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и устанавливают расходы газов таким образом, чтобы получить пламя в виде красной полосы высотой 2 см над наконечником горелки.

Поочередно распыляют каждый из градуировочных растворов в пламени спектрометра. В качестве фонового раствора используют смесь концентрированной соляной кислоты с водой в объемном соотношении 1:9 соответственно. Регистрируют соответствующие значения абсорбции и получают градуировочную характеристику в виде графика зависимости абсорбции от массовой концентрации олова в растворе.

6.5.2 Анализ раствора пробы

На приборе устанавливают предварительно определенные оптимальные параметры для работы с пламенем на основе смеси закиси азота и ацетилена и резонансную длину волны 235,5 нм.

Распыляют в пламени спектрометра раствор пробы (см. 6.3) и холостой раствор (см. 6.4), регистрируют соответствующие значения абсорбции.

7 Обработка результатов

Содержание олова в пробе w, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$w = \frac{(\rho - \rho_b) \cdot 50}{m},$$

где ρ — массовая концентрация олова в экстракте из пробы, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

ρ_b — массовая концентрация олова в холостом растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

m — масса навески пробы, г.

8 Прецизионность измерений

8.1 Общие положения

Характеристики прецизионности методики установлены в результате межлабораторных испытаний, проведенных в 13 лабораториях с использованием двух образцов консервированного яблочного соуса и двух образцов консервированного томатного супа [1].

Характеристики прецизионности выражены в соответствии с [2].

8.2 Повторяемость

8.2.1 Томатный суп

Образец 1: относительное стандартное отклонение повторяемости составляет 4,3 %.

Образец 2: относительное стандартное отклонение повторяемости составляет 2,4 %.

8.2.2 Яблочный соус

Образец 1: относительное стандартное отклонение повторяемости составляет 7,7 %.

Образец 2: относительное стандартное отклонение повторяемости составляет 2,9 %.

Примечание — Для настоящей методики значение приведенной характеристики прецизионности зависит от содержания олова в пробе и уменьшается с его увеличением.

8.3 Воспроизводимость

8.3.1 Томатный суп

Образец 1: относительное стандартное отклонение воспроизводимости составляет 12,0 %.

Образец 2: относительное стандартное отклонение воспроизводимости составляет 7,1 %.

8.3.2 Яблочный соус

Образец 1: относительное стандартное отклонение воспроизводимости составляет 9,4 %.

Образец 2: относительное стандартное отклонение воспроизводимости составляет 4,0 %.

Примечание — Для настоящей методики значение приведенной характеристики прецизионности зависит от содержания олова в пробе и уменьшается с его увеличением.

9 Правила оформления результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) все сведения, необходимые для исчерпывающей идентификации пробы;

b) примененный метод отбора проб;

c) примененный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все детали проведения испытания, не оговоренные в настоящем стандарте или не считающиеся обязательными, а также все инциденты, наблюдавшиеся при проведении испытания, которые могли повлиять на конечный результат;

e) результат испытания или окончательный результат с оценкой повторяемости, если проводилась ее проверка.

Библиография

[1] Nordic Committee of Food Analysis No 126/1988. Tin. Determination by atomic absorption in fruits and vegetables

[2] ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

УДК 663/.664:543.06:006.354 ОКС 67.080.01 Н59 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: продукты переработки фруктов и овощей, определение олова, метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 12.10.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,79. Тираж 18 экз. Зак. 896.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru