

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 585-ст

3 Стандарт гармонизирован с европейским стандартом EN 1136:1994 «Соки фруктовые и овощные. Определение содержания фосфора. Спектрометрический метод»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

СОКИ ФРУКТОВЫЕ И ОВОЩНЫЕ

Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора

Fruit and vegetable juices.

Spectrophotometric method for determination of phosphorus content

Дата введения 2001—01—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/дм³ (мг/кг).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый 4-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 26313—84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. 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

ИСО 3696—87** Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

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.

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе стандарта ИСО.

4 Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 50 г, 1-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 4-го 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 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, исполнения 2, вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Пипетки по ГОСТ 29227, типа 2, исполнения 1, 1-го класса точности вместимостью 1, 10 и 25 см³.

Дозаторы пипеточные [1] переменного объема дозирования 0,005 – 0,040 см³ и 0,040 – 0,200 см³ 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 $c(\text{HCl}) = 2$ моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор молярной концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³.

Кислота аскорбиновая, растворы массовой концентрации 3,53 г/дм³ и 10 г/дм³ (готовят в день использования).

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

Вода по ИСО 3696, категории 2.

Допускается использование других средств измерений, реактивов и материалов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих 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 нормативным 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 ИСО 3696.

6.1 Приготовление раствора гептамолибдата аммония

Навеску гептамолибдата аммония массой 2 г растворяют в 60 см³ воды при температуре 60 °С. Раствор охлаждают до температуры 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 дм³. В колбу вносят 100 см³ воды, добиваются полного растворения кристаллов соли, после чего объем содержимого доводят водой до отметки. Получают основной раствор фосфора массовой концентрации 1,00 г/дм³. Срок годности полученного раствора 1 мес.

7 Проведение испытаний

7.1 Приготовление раствора пробы

Проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 см³ (при испытаниях соков с высоким содержанием мякоти — массой 25 г) минерализуют по ГОСТ Р 51432. Зола растворяют в 2 — 3 см³ раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ 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/дм³.

Для приготовления градуировочных растворов указанного выше диапазона массовых концентраций фосфора в мерные колбы вместимостью 100 см³ пипеточным дозатором вносят от 0,01 до 0,15 см³ основного раствора фосфора.

Для приготовления раствора пробы в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³ раствора серной кислоты концентрации 1 моль/дм³, 4,0 см³ раствора гептамолибдата аммония и 2,0 см³ раствора аскорбиновой кислоты концентрации 3,53 г/дм³ — при испытаниях фруктовых соков и 10 г/дм³ — 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/дм³, вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{c V_1 V_2}{V_3 V_4}, \quad (1)$$

где c — массовая концентрация фосфора в растворе пробы для спектрофотометрического анализа, определенная по градуировочному графику, мг/дм³;

V_1 — объем приготовленного по 7.2 раствора пробы для спектрофотометрического анализа, см³;

V_2 — объем раствора минерализованной пробы по 7.1, см³;

V_3 — объем аликвоты раствора минерализованной пробы, взятой для приготовления раствора для спектрофотометрического анализа, см³;

V_4 — объем пробы продукта, взятый для минерализации, см³.

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

$$x_2 = \frac{c V_1 V_2}{V_4 m}, \quad (2)$$

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 превы-

шать норматива оперативного контроля сходимости 4,7 % ($P = 0,95$). При соблюдении этого условия за окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое 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 пилеточные

ОКС 67.160.20

Н59

ОКСТУ 9109

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