

*Научно-технологическая  
компания*

*СИНТЕКО*



## **МЕТОДИКА**

**КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА КОЛБАСНЫХ ИЗДЕЛИЙ  
И МЯСНЫХ ПРОДУКТОВ НА СОДЕРЖАНИЕ ХЛОРИДОВ И ФОСФАТОВ  
МЕТОДОМ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.**

ДЗЕРЖИНСК 1997г.

## МЕТОДИКА

количественного химического анализа (МКХА) колбасных изделий и мясных продуктов на содержание хлоридов и фосфатов методом ионной хроматографии.

Настоящий документ распространяется на методику количественного химического анализа хлоридов и фосфатов в пробах колбасных изделий и мясопродуктов и устанавливает порядок их определения методом ионной хроматографии.

### 1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ.

Относительная погрешность определения хлорид-иона в диапазоне 1-5% составляет 0.1% ( 2% отн.).

### 2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА.

Экстрагирование пробы по ГОСТ 9957-73 дистиллированной водой. Разделение анионов хлоридов и фосфатов на ионообменной колонке с последующим кондуктометрическим детектированием.

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ.

#### 3.1. Средства измерений.

3.1.1. Хроматограф жидкостный ионный “Цвет-3006М” ТУ 5Е1.550.186 или другой жидкостный ионный хроматограф.

3.1.2. Весы аналитические ВЛА-200г-М, ГОСТ 24104-89.

3.1.3. Колбы мерные на 50, 100, 200 и 1000 см<sup>3</sup>, ГОСТ 1770-74.

3.1.4. Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см<sup>3</sup>, ГОСТ 20292-74.

3.1.5. Колбы конические вместимостью 100 или 200 см<sup>3</sup>, ГОСТ 10394-72.

#### 3.2. Вспомогательные устройства.

3.2.1. Электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469-81.

3.2.2. Насос вакуумный типа ВМ-461 М.

3.2.3. Водяная баня.

3.2.4. Воронки стеклянные, ГОСТ 8613-75.

3.2.5. Фильтры беззольные бумажные.

3.2.6. Стакан химический вместимостью 200-250 мл по ГОСТ 10394-72.

#### 3.3. Реактивы и материалы.

3.3.1. Калий хлористый, х.ч., по ГОСТ 4234-77.

3.3.2. Калий фосфорнокислый однозамещенный, х.ч., по ГОСТ 4198-75.

3.3.3. Сорбент катионообменный КРС-8п ТУ 6-09-10-151-79.

3.3.4. Натрий углекислый кислый, хч, по ГОСТ 4201-79.

3.3.5. Натрий углекислый, хч, по ГОСТ 83-79.

3.3.6. Кислота азотная, хч, по ГОСТ 4461-77.

3.3.7. Вода бидистиллированная, ГОСТ 6709072 или деионизованная.

3.3.8. Сорбент анионообменный КанК-Аст ВТУ 881202-89.

Примечание! Допускается применять средства измерений и вспомогательные устройства, отличающиеся от указанных в перечне, но не уступающих им по метрологическим характеристикам, влияющим на результат и погрешность измерений.

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

При выполнении методики необходимо соблюдать правила техники безопасности, изложенные в инструкции по эксплуатации на хроматограф “Цвет-3006М” а также правила безопасной работы с вакуум-насосами и “Основные правила безопасной работы в химических лабораториях”.

## 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА.

К выполнению МКХА могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднетехническое образование и опыт работы в химической лаборатории с жидкостными хроматографами.

Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа, операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

## 6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.

6.1. При выполнении анализа проб должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха	$20 \pm 5^{\circ}\text{C}$
относительная влажность окружающего воздуха	от 30 до 80%
атмосферное давление	84.0 - 106.7 кПа
напряжение переменного тока	$220 \pm 22$ В
частота переменного тока	$50 \pm 1$ Гц

содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарных норм;

механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность, должны быть исключены.

6.2. Условия хроматографического анализа.

Хроматографическое разделение компонентов пробы проводят на аналитической колонке из нержавеющей стали длиной 50 мм и внутренним диаметром 6 мм, заполненной анионообменным сорбентом КанК-Аст, фракции 12-16 мкм.

Элюент - 0,0024 М  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и 0,003 М  $\text{NaHCO}_3$  в воде.

Эффективность колонки по нитрату не менее 5000 теоретических тарелок на метр.

Температура колонки - комнатная.

Время выполнения разделения 15 мин.

Ориентировочные времена удерживания: хлоридов - 3-4 мин, фосфата - 6-8 мин.

Отклонение времен удерживания от указанного выше при конкретной реализации методики может составлять 20 %.

Объем дозируемой пробы - 100 мкл.

Расход элюента - 1.5-2.0  $\text{cm}^3/\text{мин}$ .

Шкала чувствительности - «32», «16».

## 7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА.

7.1. Приготовление растворов.

7.1.1. Приготовление раствора элюента гидрокарбонат/карбонат натрия.

Приготовление растворов гидрокарбонат/карбонат натрия проводят объемно-весовым методом. Для приготовления раствора элюента концентрацией 0.0024 М  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и 0.003 М  $\text{NaHCO}_3$  на лабораторных весах готовят навески 1 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и 1 г  $\text{NaHCO}_3$ , растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Перед работой полученный элюент разбавляют в 4 раза дистиллированной водой.

7.1.2. Приготовление раствора для регенерации подавительной колонки.

Регенерацию подавительных колонок проводят 0.2 М раствором  $\text{HNO}_3$ . Для приготовления регенерирующего раствора необходимо 16 мл концентрированной кислоты ( $d=1/42$  г/ $\text{cm}^3$ ) разбавить до 1 л дистиллированной водой.

Перед началом работы все растворы обязательно фильтруют через фильтрующую воронку.

Для обеспечения нормальной работы прибора все используемые растворы должны быть дегазированы при помощи вакуумного насоса. С этой целью каждый приготовленный раствор помещают в толстостенную посуду с узким горлом (например, тара из-под реактивов), закрывают резиновой пробкой с вставленной в нее металлической трубкой и подсоединяют к вакуум-насосу. Дегазирование считают достаточным, когда прекращается выделение из раствора мелких пузырьков и начинается выделение крупных (примерно 5-10 мин). Следить за пузырьками нужно, осторожно приоткрывая плотную ткань, в которую обязательно должна быть обернута откачиваемая емкость.

#### 7.1.3. Регенерация подавительной колонки.

Регенерацию подавительной колонки производят следующим образом. Через колонку прокачивают 50 мл раствора 0.2 н  $\text{HNO}_3$  с расходом 2 мл/мин. Затем колонку промывают 100 мл дистиллированной воды с расходом 3 мл/мин. Регенерация производится через 6-8 часов непрерывной работы насоса.

#### 7.1.4. Приготовление градуировочных растворов.

Приготовление аттестованных градуировочных растворов проводят объемно-весовым методом.

Для приготовления исходного раствора хлорида концентрацией 1 г/л необходимо взять навеску 2,1 г хлористого калия и растворить в дистиллированной воде в отдельной мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Для приготовления исходного раствора фосфата концентрацией 1 г/л необходимо взять навеску 1,41 г калия фосфорно-кислого однозамещенного и растворить в дистиллированной воде в отдельной мерной колбе вместимостью 1000 мл.

Для приготовления градуировочного раствора берут 10 мл исходного раствора хлорида и 25 мл исходного раствора фосфата в колбу на 1000  $\text{см}^3$  и доливают до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение 1 месяца.

#### 7.2. Подготовка проб к анализу.

5 г измельченной средней пробы взвешивают в химическом стакане с погрешностью  $\pm 0,01$  г и добавляют 200 мл дистиллированной воды. Через 40 мин настаивания (при периодическом помешивании стеклянной палочкой) водную вытяжку фильтруют через бумажный фильтр. Для определения хлоридов берут 1 мл водной вытяжки в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Для определения фосфатов берут 10 мл водной вытяжки в мерную колбу на 50 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Полученные растворы используют для ввода в хроматограф.

#### 7.3. Подготовка измерительной аппаратуры.

Установку и включение хроматографа осуществляют в соответствии с инструкциями по эксплуатации хроматографа Цвет-3006М. На насосе задают расход элюента 2,0  $\text{см}^3/\text{мин}$ , шкалу чувствительности устанавливают «32».

## 8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.

### 8.1. Определение градуировочных коэффициентов.

Устанавливают режимные параметры по п.7.2. и дозируют градуировочный раствор. Градуировочный коэффициент  $K$  для хлорид или фосфат ионов рассчитывается по формуле:

$$K = \frac{h_{y\hat{A}}}{C_{y\hat{A}}} \quad (1)$$

где  $h_{\text{гп}}$  - высота пика компонента в градуировочном растворе, мм или ед. счета САА;

$C_{\text{гп}}$  - концентрация компонента в градуировочном растворе, мг/л.

### 8.2. Проведение анализа.

Вводят в хроматограф водную вытяжку для определения хлорид-иона. После выхода пика хлорида (10 мин) вводят в хроматограф водную вытяжку для определения фосфат-иона (15 мин).

### 8.3. Обработка результатов измерений.

Концентрация хлорид-иона в пробе ( $C_{\text{пробы}}$ ) вычисляют по формуле:

$$\ddot{e}_{\% \hat{\Delta}, \hat{O}(\hat{I}_{\hat{z}}, \hat{A}')} = \frac{h_{\% \hat{\Delta}, \hat{O}}}{\ddot{a} \cdot \hat{a}} \quad (2)$$

где  $h_{\text{пр}}$  - высота пика компонента в пробе, ед. счета САА или мм;  
 $M$  - навеска пробы, г.

Концентрация фосфат-иона в пробе ( $C_{\text{пробы}}$ ) вычисляют по формуле:

$$\ddot{e}_{\% \hat{\Delta}, \hat{O}(\hat{E}, \hat{E}' \hat{A}')} = \frac{h_{\% \hat{\Delta}, \hat{O}}}{\ddot{a} \cdot \hat{a}} \quad (3)$$

где  $h_{\text{пр}}$  - высота пика компонента в пробе, ед. счета САА или мм;  
 $M$  - навеска пробы, г.

### 8.5. Протокол анализа.

В протоколе анализа указывают использованный метод и полученные результаты, все действия, не предусмотренные данной методикой, или рассматриваемые как дополнительные, а также любые обстоятельства, которые могли бы повлиять на результат.

В протокол должны быть также включены все сведения, необходимые для полной идентификации пробы.

## 9. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ.

Настоящая МКХА предусматривает проведение периодического контроля случайной погрешности анализов, стабильности колонки.

### 9.1. Периодический контроль случайной погрешности.

Для периодического контроля случайной погрешности анализов ежедневно обрабатывают результаты двух параллельных анализов градуировочного раствора.

Относительное максимальное расхождение двух найденных значений пиков не должно превышать 0.1. Результаты записывают в рабочий журнал.

$$\frac{i_2 - i_1}{i_{\hat{E} \hat{A} \hat{Y}}} \leq 0.1 \quad (4)$$

Если полученное относительное расхождение значение больше 0.1, следует проверить правильность заданных параметров эксперимента и исправность прибора.

9.2. контроль стабильности колонки проводят 1 раз в 2 недели. Контроль разделительной колонки проводят по расчету эффективности колонки при анализе градуировочного раствора по формуле:

$$N = 5,54 \left( \frac{t_{\hat{E} \hat{Y}}}{\mu} \right)^2 l \quad (5)$$

где  $t_{\text{уд}}$  - время удерживания пика хлорида в мм;

$\mu$  - ширина пика хлорида на половине его высоты в мм;

$l$  - длина разделительной колонки, м.

Найденное значение эффективности колонки по хлориду не должно быть менее 5000 теоретических тарелок на метр.