

ПРОЕКТ

**Министерство здравоохранения и социального развития Республики Казахстан
Комитет по защите прав потребителей Министерства национальной экономики
Республики Казахстан
Казахская академия питания**

**ВНЕШНИЙ И ВНУТРЕННИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ОБОГАЩЕНИЯ МУКИ
ЖЕЛЕЗОМ
(включая железо в составе обогащающих смесей)**

Методические рекомендации

Алматы 2016

Методические рекомендации разработаны под редакцией академика РАН и НАН РК, проф. Шарманова Т.Ш. и Квентина Джонсона, координатора Группы обучения и технической поддержки, Инициатива по обогащению пищевых продуктов.

Авторский коллектив

Казахской академии питания: Амиров Б.Б. - к.м.н., с.н.с.; Долматова О.В. - д.б.н., г.н.с.; Синявский Ю.А. - д.б.н., профессор, вице-президент; Тажибаев Ш.С - д.м.н., профессор, вице-президент

Комитета по защите прав потребителей, Министерства национальной экономики, Казахстан: Рахимжанова М.Т. – главный эксперт, Управление санитарно-гигиенического надзора

Департамента организации медицинской помощи Министерства здравоохранения и социального развития, Казахстан: Когашев Д.А. – ведущий специалист

Союза зернопереработчиков Казахстана: Ган Е.А. – к.т.н., президент

РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации», Казахстан: Кулешова Е.А. - начальник Управления методологии, учета и регистрации документов по стандартизации и сертификации

Данные методические рекомендации основаны на правовых нормах Кодекса Республики Казахстан от 18 сентября 2009 года «О здоровье народа и системе здравоохранения», Закона Республики Казахстан от 9 ноября 2004 года «О техническом регулировании», “Правил обогащения (фортификации) пищевой продукции, подлежащей санитарно-эпидемиологическому надзору”, утвержденных приказом и.о. Министра национальной экономики Республики Казахстан от 24 февраля 2015 года № 123 (зарегистрирован в Реестре государственной регистрации нормативных правовых актов за № 10564).

1. Аннотация

Методические рекомендации «Внешний и внутренний контроль качества обогащения муки железом (включая железо в составе обогащающих смесей) (далее – методические рекомендации) описывают вопросы организации и проведения внешнего и внутреннего контроля качества обогащения (фортификации) муки железом. Рекомендации предназначены для оказания методической помощи государственным органам и организациям санитарно-эпидемиологической службы, и менеджерам контроля качества фортификации муки на мукомольных предприятиях. Данные рекомендации основаны на учете существующего международного опыта и подходов к обеспечению качества обогащения (фортификации) муки и безопасности конечной продукции.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Аннотация
2. Список использованных сокращений
3. Пояснительная записка
4. Введение
5. Организация внешнего и внутреннего контроля качества
6. Методы контроля
7. Обеспечение корректирующих действий и рекомендации по соблюдению нормативов и требований потребителей
8. Список литературы

2. Список использованных сокращений

В методических рекомендациях использованы термины и определения в соответствии с “Правилами обогащения (фортификации) пищевой продукции, подлежащей санитарно-эпидемиологическому надзору” (далее – Правила № 123), утвержденными приказом и.о. Министра национальной экономики Республики Казахстан от 24 февраля 2015 года № 123 (зарегистрирован в Реестре государственной регистрации нормативных правовых актов за № 10564).

ВК	внешний контроль
ВМС	витаминно–минеральная смесь
ВнК	внутренний контроль
КК	контроль качества
ОК	обеспечение качества
СОП	стандарты организации производства

3. Пояснительная записка

Обеспечение фортификации муки и соблюдение требований к его качеству в Казахстане регулируется законодательно с 2009 года. Вместе с тем, имеется необходимость в унификации подходов к соблюдению нормативных требований, чтобы обеспечить единый алгоритм контроля качества фортификации вне зависимости от размера, оснащенности мукомольного предприятия и других параметров, которые могут сказываться на качестве конечной продукции. В этой связи предложенные рекомендации направлены на унифицированное понимание и выполнение алгоритмов контроля качества производства, и реализацию коллективной ответственности за соблюдение стандартов производства.

Цель методических рекомендаций заключается в оказании методической помощи государственным органам, физическим и юридическим лицам независимо от форм собственности, осуществляющим контроль качества продукции, как на вневедомственном, так и внутриведомственном уровнях, для унификации методик и интерпретации их результатов. Предлагаемые методические рекомендации позволят усовершенствовать взаимодействие между внешним и внутренним контролем качества фортифицируемой продукции и повысят удовлетворенность потребителей, а также повысят мотивацию мукомольных предприятий к соблюдению соответствующих нормативных требований.

4. Введение

Среди стран СНГ законы об обязательной фортификации хлебопекарной пшеничной муки витаминно – минеральным премиксом приняты в Казахстане и Киргизии (в 2009 году). В Туркменистане обязательное обогащение муки регламентируется Указом Президента от 1994 года. Среди других стран СНГ программы обогащения муки микронутриентами приняты в Узбекистане (на уровне Указа Президента), Грузии, Таджикистане. Вместе с тем, пока не имеется единого документа, обосновывающего унификацию подходов к внешнему и внутреннему контролю. Настоящие методические рекомендации основаны на оценке обеспечения качества и контроле качества при обогащении муки железом в составе фортификационных смесей, согласно требованиям Правил № 123.

Обеспечение качества (ОК) и Контроль Качества (КК) являются процедурами, устанавливаемыми для каждого мукомольного предприятия с целью обеспечения как систематических, так и периодических проверок соответствия мукомольного предприятия действующим нормативным документам обогащения пшеничной муки витаминно–минеральной смесью (ВМС или любым другим обогатителем(ми), содержащим(и) обогащающее железо, одновременно с обеспечением соответствия установленным процедурам ОК и КК и стандартам организации производства, и в конечном итоге – поддержание процессов улучшения качества и нормируемого качества продукции.

Обобщение характеристик ОК и КК и их взаимозависимость в общем процессе организации производства

Таблица

Вопросы	Обеспечение качества	Контроль качества
<i>Определение</i>	ОК – системный подход. Включает набор действий для обеспечения качества в процессе разработки продукта.	КК – набор действий для обеспечения качества продукции. Действия сосредоточены на тестировании и выявлении дефектов в производимых продуктах.
<i>Внимание</i>	ОК нацелено на предотвращение дефектов с особым вниманием, направленным на процесс производства продукции. Это упреждающий процесс системы управления качеством.	КК нацелен на установление соответствия качества выпускаемой продукции требованиям действующих нормативных документов и/или выявление (и исправление) дефектов в конечном продукте. Таким образом, КК является ответным процессом.
<i>Цель</i>	Целью ОК является улучшение разработки производственного и испытательного процессов так, чтобы дефекты не возникали при разработке и производстве продукции.	Целью КК является установление соответствия качества выпускаемой продукции требованиям действующих нормативных документов и/или выявление дефектов в ходе производства продукции и до ее реализации.
<i>Как</i>	Establish a quality management	Обнаружение и устранение

Вопросы	Обеспечение качества	Контроль качества
	system which defines the procedures for manufacture Установить систему управления качеством (ХАССП), определяющую требования к производству. Периодические аудиты соответствия работы системы.	источников проблем с качеством с помощью инструментов и оборудования, с тем чтобы требования заказчика постоянно выполнялись.
Что	Предотвращение проблем с качеством с помощью плановой и систематической деятельности, включая документацию.	Деятельность или технологии, применяемые для достижения и поддержки качества продукции, процессов и услуг.
Ответственность	Каждый член команды, участвующий в разработке и производстве продукции, несет ответственность за обеспечение качества.	КК обычно является <u>ответственностью</u> отдельной команды, проверяющей продукцию на дефекты.
Пример	Процедура проверки является примером ОК. Аудит является примером ОК.	Проверочные испытания/тестирование являются примером КК. Регулярные анализы образцов продуктов питания в ходе производства.
В качестве инструмента	ОК – инструмент управления	КК – инструмент корректировки

Для стимулирования качества производимой обогащенной муки существуют независимые системы внешнего контроля и оценки качества (ВКОК), ответственные за:

- I) оценку возможности производителей следовать нормативным требованиям и стандартам;
- II) периодические проверки и аудиты, применяемых на мукомольном предприятии оборудования, премиксов, методов и знаний персонала;
- III) эталонные тестирования готовой продукции с заданной периодичностью с мукомольных предприятий и с торговой сети на КК;
- IV) оценку обеспечения корректирующих действий и рекомендаций по соответствию продукции нормативным требованиям и ожиданиям покупателей.

5. Требования к организации внешнего и внутреннего контроля качества

Общей целью Внешнего контроля (ВК) является контроль соблюдения установленных стандартов организации производства (СОП) с целью защиты населения и потребителей от негативных последствий от применения недоброкачественной продукции. ВК должен обеспечивать безопасность общества, защиту прав и свобод потребителей.

ВК осуществляется уполномоченными государственными органами, и специализированными аккредитованными частными организациями, и проверяющими органами по установленному графику, а также и по запросам мукомольных предприятий, общественных организаций и в пределах заданной периодичности проверок. В случае с

обогащением муки, государственные органы санитарно-эпидемиологической службы отвечают за проверки производителей. Такие проверки позволяют получить информацию и определить потенциальные источники нарушений организацией Внутреннего контроля (ВнК) на мукомольном предприятии, и в результате вырабатывают конкретные рекомендации о корректирующих мерах для соблюдения действующих стандартов организации производства (СОП) и требований нормативной документации.

ВК и ВнК имеют общую цель – обеспечить установленный уровень качества конечного продукта, предлагаемого потребителю, и в этом они сотрудничают и, как ожидается, обеспечивают взаимодополняющий эффект.

В приведенной ниже таблице описаны основные характеристики и различия между ВК и ВнК.

Вопросы	Внешний контроль	Внутренний контроль
Определение	Определяется нормативными требованиями	Определяется руководством мукомольного предприятия на основе типовых рекомендаций или Правил.
Внимание	Фокусируется на соответствии нормативным требованиям	Фокусируется на выполнении требований действующих нормативных документов и/или выявлении дефектов (нарушений) и текущих исправлениях
Цель	Целью ВК является обеспечение соответствия действующим стандартам и нормативной документации требованиям СОП	Целью ВнК является обеспечение требований действующих нормативных документов и/или своевременное выявление нарушений технологии производства.
Как	Периодические проверки документации и проверки компетентности персонала	Посредством регулярного отслеживания и устранения источников проблем с качеством
Что	Согласно стандартам внешнего контроля, включая документацию	Регулярные и планируемые действия или технологии, выбранные мукомольным предприятием для достижения и поддержания соответствующего качества продукции, процессов и услуг.
Ответственность	Внешний орган, уполномоченный компетентный орган	Внутренняя ответственность мукомольного предприятия
Пример	Верификация является примером ВК. Аудит является примером ВК	Примерами являются регулярные анализы проб продукции в процессе производства
Инструмент	ВК является инструментом для оценки соответствия процессов производства правилам и рекомендациям по корректирующим действиям	ВнК является ответным (реагирующим на дефект производства) и корректирующим инструментом для обеспечения соответствия стандартам СОП по выходному качеству продукции

Службы, осуществляющие аудит мукомольного предприятия, должны проводить анализ результатов ВнК в целях экономии времени и ресурсов и во избежание дублирования усилий, и оценивать ВК для выявления потенциально критических элементов, и сосредоточиться на них. Взаимодействие ВК и ВнК обеспечивает большее влияние на конечный результат при условии установления координации проверок, обмена отчетами, доступа к рабочим документам, совместных отчетов соответствующему руководству и общих шаблонов документации.

При этом каждая из перечисленных обязанностей ВК может дополнительно быть расписана следующим образом:

- 1) Оценка потенциала производителей следовать нормативным требованиям и стандартам
- 2) Наличие и знание правил, относящихся к обогащению муки, в соответствии со следующими документами:
 - Соответствующий СТ РК, и технологические инструкции.
 - Копии действующих стандартов или руководств по обогащению муки и требований уполномоченного органа в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения по этому вопросу
 - Спецификации оборудования, необходимого для обогащения муки
 - Журнал предварительного и рабочего инструктажа персонала по технике безопасности, работающего на обогащении муки.
 - Журнал регистрации регулярных проверок оборудования
 - *Журнал регистрации лабораторных проб и тестирования обогащенной муки с установленным интервалом времени и документы анализов внешнего контроля (рекомендуемый документ, хотя в соответствии с действующими нормативами обогащение муки на мукомольном предприятии отслеживается только по весовым методом. Анализы не проводятся).*
 - Журналы для записи ежедневной деятельности по контролю качества на мукомольном предприятии (см. Приложение 3).
 - Складские журналы, фиксирующие движение премикса или предсмеси на предприятии и на технологические участки.
- 3) Регулярные проверки и аудиты
 - Оценка порядка и регулярности поставки обогащающих веществ, поставщиков, документации по качеству (свидетельство о государственной регистрации премикса, сертификат происхождения и т.п.);
 - Оценка помещений и условий хранения, отпуска, учета использования обогащающих веществ;
 - Визуальная оценка смешивающего оборудования и производственного процесса;
 - Отбор проб, контроль проб, практика учета и проверка документация.

А. Внешний контроль со стороны государственных органов:

Государственный аудит: существуют два типа аудита.

Один называется **техническим аудитом**, или аудитом вне предприятия, в этом случае представитель уполномоченного органа в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения изучает информацию, предоставленную мукомольными предприятиями или ассоциацией таких предприятий в случае, если она уполномочена собирать данные, с целью определения надлежащего качества фортификации муки. Этот вид аудита может проводиться один раз в квартал (см. пример отчета мукомольного предприятия).

Второй тип аудита заключается в **инспекции или выездной проверке**, когда

представители уполномоченного органа в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения инспектируют предприятия с целью выявления соответствия требованиям к фортификации муки и проверки данных, предоставленных для аудита вне предприятия.

Ведомство уполномоченного органа в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения определяет частоту выездных проверок по результатам предыдущей деятельности предприятия и количеству жалоб или нарушений, заявленных в отношении соответствующего предприятия.

Важным этапом является проверка соблюдения процедуры приемки премикса, включающая регистрацию данных, предусмотренных проверочными листами, утвержденными уполномоченным органом в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения, а также дополнительно по перечисленным ниже пунктам:

1) Проверка тары на предмет повреждений и отражение информации о повреждениях в документации. Незначительные повреждения упаковочной тары допускаются, но серьезные повреждения от воды и разрывы внутренних мешков неприемлемы.

2) Указание даты получения и фамилии проверяющего лица.

3) Указание типа или наименования товара и количества коробок или общего веса, сравнение с данными заказа.

4) Указание номеров партий.

5) Проверка наличия и занесение в досье по фортификации Протокола испытаний и копии Свидетельства о государственной регистрации. Может находиться на одной из коробок или направляется отдельно (по факсу или электронной почте). Вся данная информация отражается в «Отчете о приемке премикса».

На каждой коробке должна быть этикетка. На этикетке должны быть указаны: а) наименование товара; б) предполагаемое использование товара; в) наименование производителя и контактная информация; г) необходимые меры предосторожности; д) дата изготовления и срок годности иногда указывается в номере партии); е) номер партии; ж) рекомендуемая пропорция использования; з) масса нетто; и) состав.

Б. Поставщики премикса должны предоставить Свидетельство о государственной регистрации премикса (или выписка из Реестра свидетельств о государственной регистрации), сертификат испытаний или протокол испытаний партии (в случае с казахстанским законодательством). По каждой партии премикса для всех питательных микроэлементов, входящих в состав премикса, предоставляется соответствующий документ, подтверждающий качество продукта. Сертификат испытаний (иногда называемый «Сертификатом качества») является официальным документальным подтверждением качества премикса. Сертификат должен сопровождать каждую партию премикса в поставке. Сертификаты испытаний по всем партиям премикса подлежат хранению и предъявлению в случае проверки. В сертификате испытаний должна быть указана следующая информация:

Химический анализ партии премикса по каждому питательному микроэлементу, входящему в состав (за исключением витамина В12, при его наличии, уровень которого проверяется не по фактическим результатам анализа, а отдельно). Сертификат может приводить справочные требования по минимальному и максимальному содержанию элементов в премиксе, номер партии или лота, дату изготовления и срок годности, если они не включены в номер партии.

Поставщики премикса должны предоставлять: Информацию о товаре или таблицу данных. Такой документ подлежит хранению на зерноперерабатывающем предприятии и предъявлению представителям ВК, производственному персоналу и отделу контроля качества. В данном документе должна содержаться следующая информация:

1) Наименование премикса

- 2) Название и контактная информация изготовителя
- 3) Предполагаемое использование премикса.
- 4) Состав премикса – как правило, в порядке убывания
- 5) Пищевой статус используемых ингредиентов (т.е., класс в соответствии со сводом химических веществ, разрешенных к использованию в пищевой промышленности)
- 6) Рекомендуемая пропорция добавки премикса к муке и уровень содержания питательных микроэлементов в данной пропорции.
- 7) Стандарты минимального состава премикса, а также стандарты максимального состава (при наличии).
- 8) Инструкции по хранению и транспортировке
- 9) Разрешенный срок годности премикса

6. Методы контроля

Контроль осуществляется посредством использования следующих методов оценки:

- А. Оценка знаний и опыта персонала лаборатории;
- Б. Оценка наличия оборудования и реагентов для качественных и количественных тестов;
- В. Отбор проб для контрольного испытания и обмен результатами с мукомольным предприятием;
- Г. Предоставление опции квалификационных испытаний.

Внешний количественный анализ. Получение смешанной пробы фортифицированной муки:

- 1) Смешанные пробы получают путем смешивания проб фортифицированной муки, взятых с установленным интервалом на протяжении производственной смены.
- 2) Смешанные пробы состоят из 5-10 проб, которые представляют выборку из производственной партии, например, за 8-часовую смену.
- 3) Пробы, входящие в состав смешанной пробы, должны быть одного размера и браться равномерно в течение производственной смены, чтобы представлять всю продукцию, выпущенную за период.
- 4) Цель смешанной пробы заключается в оценке среднего содержания питательных элементов в определенной партии. Использование смешанных образцов позволяет снизить расходы на анализ результатов фортификации путем сокращения количества проб, необходимых для определения среднего значения.
- 5) Использование количественного анализа для проверки одного или нескольких случаев слишком высокого или слишком низкого содержания питательных элементов является бессмысленным. Его основная цель заключается в определении развивающихся тенденций, и в таком плане количественный анализ является ценным средством.

7. Обеспечение корректирующих действий и рекомендации по соблюдению нормативов и требований потребителей

Во-первых, следует организовать регулярную отчетность о результатах мероприятий по внешнему контролю;

Во-вторых, необходимо проводить обсуждения с мукомольным предприятием о корректирующих мерах и оказать методическую помощь в разработкерекомендаций для обеспечения соответствия требованиям Стандартов организации производства (СОП) и при необходимости организовать (пере)обучение специалистов с учетом текучки кадров, замены оборудования и т.д.;

В третьих, наладить получение последующего отчета (ов) о работе мукомольного предприятия по обеспечению заданного уровня качества перед контролирующими органами.

8. Роль лабораторного контроля

Поскольку лабораторные методы составляют важную часть как внешнего, так и внутреннего контроля качества фортификации, в приложении 1 и приложении 4 приведены детальные описания методов, используемых во всем мире для измерения железа, которые рекомендуются для официального использования санитарно-эпидемиологической службой и мельницами в Казахстане.

Связи с дальнейшим совершенствованием лабораторных методов, многие в настоящее время начали пользоваться методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП) для определения железа и других неорганических веществ. МС-ИСП представляет собой масс-спектрометрию, позволяющую определять металлы и несколько неметаллических элементов в концентрациях одна часть в 10^{15} (частей на квадриллион), что достигается путем ионизации образца индуктивно связанной плазмой с последующей масс-спектрометрией для разделения и количественного определения ионов. По сравнению с атомно-абсорбционной спектрометрией МС-ИСП обеспечивает большую скорость, точность и чувствительность определения.

Приложение 1

Рекомендуемые (контрольные) методы определения железа в муке в рамках ВК (спектрофотометрические методы приведены в Приложении 4)

ВЭЖХ метод определения железа

Определение железа с помощью хроматографа Dionex-500.

Реагенты

- 1) Дистиллированная вода, нано очистка до 18,0 мОм
- 2) Концентрированная HCl 36%
- 3) Стандартный раствор железа 100 мкг/мл HNO_3 , технический стандарт
- 4) Постколоночный растворитель MetPac Dionex Corp. P/N46094
- 5) Концентрированный разбавитель MetPac Dionex Corp. P/N46088
- 6) 4-(2-пиридазо)резорцин, ЧДА
- 7) Моногидрат мононатрия

Оборудование

- 1) Аналитические весы с точностью измерения 0,01 мг
- 2) Мерный стакан, 400 мл и 1000 мл
- 3) Колонка и выключатель Dionex IonPac CS5 Ai IonPac CG5A
- 4) Корундовый тигель, 50 мл
- 5) Колбы, 100 мл
- 6) Мерные цилиндры, 500 мл и 1000 мл
- 7) Газовая плитка 12"х24", 220 В, с дистанционным управлением
- 8) Система ВЭЖХ (Dionex-500 с детектором поглощения AD20, насос GP50, пробоотборник AS40)
- 9) Магнитные стержни для смесителя, восьмигранные 15"х3/8", с тефлоновым покрытием
- 10) Муфельная печь, 675°C
- 11) Ультразвуковая баня
- 12) Смеситель
- 13) Пипетка, 5 мл
- 14) Предметное стекло, 65 мм
- 15) Мерная колба, 250 мл
- 16) Мерные пипетки-дозаторы, класс А: 1, 3, 7, 10 и 15 мл

Подготовка раствора

Стандартные растворы железа

С помощью пипетки по 1, 3, 7, 10 и 15 мл, перелить 100 мкг/мл стандартный раствор железа в маркированные мерные колбы (по 250 мл), довести до объема дистиллированной водой, закрыть и перемешать. Эти растворы эквивалентны 3,629 мг/фунт¹, 10,866 мг/фунт, 25,402 мг/фунт, 36,288 мг/фунт and 54,432 мг/фунт железа соответственно. Отметить дату подготовки растворов.

¹Один фунт = 453,6 г

Мобильная фаза

Добавить 800 мл дистиллированной воды в 1000 мл мерный цилиндр. Заполнить до объема разбавителем PDCA. Перелить в резервуар с мобильной фазой для подачи в систему ВЭЖХ.

Постколоночный растворитель

Взвесить $0,0600 \pm 0,0010$ г растворителя, перелить в 1000 мл колбу с завинчивающейся крышкой. Поместить колбу в ультразвуковую баню на пять минут, присоединить колбу к постколоночному насосу.

Подготовка образцов

1) Отобрать $5,00 \pm 0,01$ г муки и поместить в корундовый тигель. Поместить тигель в муфельную печь. Записать номер образца и его место в печи. Повторить эти действия со всеми образцами и подготовить муку.

2) Установить температуру муфельной печи на 675°C и оставить тигли на ночь.

3) Следующим утром выключить печь и осторожно открыть дверцу для ускорения остывания тиглей. Вынуть остывший тигель из печи и поместить на газовую плиту, расположенную в вытяжном шкафу.

4) Включить вытяжной шкаф, добавить 2 мл концентрированной HCl в каждый тигель, вокруг испарительной пластины. Закрыть тигель часовым стеклом. Нагревать тигель, пока не останется примерно 1 мл раствора. Снять тигель с газовой плитки и дать остыть.

Примечание

Избегайте полного испарения соляной кислоты! Если это все-таки произошло, добавьте 1 мл концентрированной соляной кислоты и снова нагрейте.

Смыть конденсат со смотрового стекла с помощью дистиллированной воды в маркированные реакционные пробирки. Переместить содержимое тигля в колбу и собрать в нем дистиллированную воду, использованную для нескольких смываний тигля. Добавить дистиллированной воды до 100 мл, закрыть колбу и смешать путем наклона колбы.

Заполнить маркированную пробирку образцом и поместить ее в транспортер образцов. После загрузки поместить контейнер в автоматический пробоотборник AS40 и убедиться, что черная точка находится на правой стороне транспортера, если смотреть на фронтальную сторону пробоотборника.

Анализ

1) Открыть окно запуска PeakNet. Для загрузки графика, нажать на вторую иконку слева. Закрыть график, разработанный на этапе 3.3.2. после щелчка, нажать последнюю иконку (ОК), насос запускается.

2) Включить постколоночный насос и нажать Start. Оставить систему работать в течение 30 минут.

3) Загрузить пробы в автоматический пробоотборник AS40 должным образом и нажать кнопку Start.

4) Программное обеспечение “Dionex” автоматически рассчитывает содержание железа в мг/фунтах и печатает результаты для каждого стандартного раствора и по пробам.

Определение элементов атомно-абсорбционной спектрофотометрией Метод ААСС 40-70

Окончательное утверждение 16 октября 1991г.;
повторное утверждение 3 ноября 1999 г.

Данный метод определяет содержание кальция, меди, железа, магния, марганца и цинка в зерне и зерновых продуктах.

I. Материалы

Мерная колба 1 л
Мерная колба, 250 мл
Мерная колба, 100 мл
Мерная колба, 25 мл
Лабораторные стаканы, 250мл
Ручные пипетки-дозаторы (200-1000 мл)
Фарфоровые тигли
Часовые стекла
Наконечники для пипеток
Градуированные пробирки
Наконечники для «синих» пипеток
Пробирки, 10 мл

II. Оборудование

Атомно-абсорбционный спектрофотометр для зерновых продуктов. Доступны несколько коммерческих моделей.

Поскольку конструкции несколько отличаются друг от друга различными требованиями к источнику света, расходом горелки и чувствительностью детектора, в таблице 1 (далее) приводятся только общие рабочие параметры. Оператору следует ознакомиться с настройками и процедурами, адаптированными для конкретного аппарата, и пользоваться таблицей только в качестве руководства по диапазонам концентраций и условиям горения. При однослотовой горелке может потребоваться добавление лантана к стандартным растворам и растворам проб для всех элементов.

Сосуды для озоления, 150 мл стакан (стекло пирексилвайкор) или 30 мл тигельвайкор.

Муфельная печь, поддерживающая температуру до 525°C.
Смеситель Вортекс
Лабораторные весы
Плитка
Пипетка Эппендорфа (100 и 500 мл)

Таблица 1. Рабочие параметры

Элемент	Длина волны	Пламя	Диапазон (мкг/мл)
Fe	2483	Воздушно-ацетиленовая смесь	2-20
Zn	2138		0,5-5

III. Реагенты

- 1) Вода дистиллированная (сопротивление более 10 Мом). Использовать на протяжении всех процедур при всех составлениях и разбавлениях растворов.
- 2) Маточные растворы. См. Примечание 1.
 - a. Железо, 1000 мкгFe/мл. Растворить 1,000 г проволоки из чистого Feв приблизительно 30 мл 6NHClс нагреванием. Разбавить до 1 л.
 - b. Цинк, 1000 мкг Zn/мл. Растворить 1,000 г чистого металлическогоZnv примерно 10 мл 6NHCl. Разбавить до 1 литра.
- 3) Исходный раствор лантана, 50 г La/л ~5% HCl. Растворить 58,65 гLa₂O₃ (99,99%, низкое содержание кальция) в 250 мл концентрированнойHCl, медленно добавляя кислоту. Разбавить до 1 литра.
- 4) Рабочие стандартные растворы.
 - a. Кальций, 0, 5, 10, 15 и 20 мкг Ca/млс содержанием 1% Laи ~1% HCl. В 25 млмерные колбы добавить 0, 5, 10, 15 и 20 мл исходный растворCa (реагент 2a). Добавить 5 мл раствора Laи дополнить до объема.
 - b. Другие стандартные растворы. Развести аликвоты растворов 2b, 2c, 2d, 2e и 2fкислотой 0,5NHCl, чтобы сделать, по крайней мере, четыре стандартных раствора каждого элемента в пределах определяемого диапазона.

IV. Процедура

A. Подготовка пробы

- 1) Тщательно взвесить 1-10 г (в зависимости от ожидаемой концентрации элемента) измельченной пробы в сосуд для озоления. См. примечание 2. Приступить к подготовке холостого реагента.
- 2) Обжечь на плитке или в муфельной печи, затем озолить при 500°C в течение ночи. Если озоление за это время не завершится, охладить пробу и увлажнить несколькими каплями концентрированной HClилиHNO₃, высушить медленным нагреванием и повторно озолить. См. примечание 3.
- 3) Разбить спекшийся осадокстеклянной палочкой и растворить в 10 мл концентрированной HCl. Нагреть и выпарить раствор почти досуха на горячей плите. Осадок не запекать.
- 4) Вновь растворить осадок в 20 мл 2NHCl, при необходимости осторожно нагреть до кипения.
- 5) Отфильтровать через высокочувствительную бумагу в 100 мл мерную колбу, тщательно промыть бумагу и осадок водой. Разбавить до 100 мл и смешать.
- 6) Измерить поглощение непосредственно раствора, или разбавить кислотой 0,5 NHClдо получения растворов в пределах диапазонов прибора. Если необходимо определить содержание Ca, добавить достаточное количество исходного раствора La для окончательного раствора 1% La (например, 5 мл раствора Lav 25 мл колбе, 20 мл – в 100 мл колбе, и т.д.). См. примечание 4.

B. Методика

- 1) Настроить прибор согласно таблице 1 или по ранее установленным оптимальным настройкам аппаратуры, которая будет использоваться. Вторичные или менее чувствительные линии могут использоваться для снижения необходимого разбавления, при необходимости.

2) Снять данные по как минимум 4 стандартным растворам в аналитическом диапазоне до и после каждой группы по 6 – 12 проб. Промывать горелку водой между помещением проб, и каждый раз переустанавливать точку поглощения на ноль.

3) Подготовить кривую калибровки от среднего значения каждого стандартного раствора до и после группы проб. См. примечание 5.

4) Снять показания концентрации проб от участка поглощения в мкг/мл.

V. Интерпретация/Расчеты

Элемент (м.д.) = (мкг/млх 100) ÷ вес пробы (г)

Если разбавляется исходный объем в 100 мл, при окончательном расчете это следует принять во внимание.

VI. Примечания

1) Не пользуйтесь пипетками <2 мл или мерными колбами <25 мл при приготовлении стандартных растворов. Готовьте свежие рабочие растворы по 0 – 20 мг/мл каждый день. Можно пользоваться автоматическим устройством для разведения растворов. В качестве альтернативы, приобретенные стандартные растворы можно заменить исходными растворами.

2) Для некоторых зерновых или необогащенных продуктов может потребоваться озоление проб большего объема для повышения концентрации элементов в обнаруживаемых диапазонах. См. примечание 3.

3) Загрязнение от лабораторного оборудования и реагентов может внести значительные погрешности в результаты анализов. Для отслеживания загрязнений запускаются холостые растворы. Протоколы очистки, включая ополаскивания в минеральных кислотах (например, в азотной и соляной кислоте) и несколько ополаскиваний в дистиллированной воде доказали свою эффективность в минимизации загрязнения металла в лабораторной посуде. Если необходима повторная промывка, подготовьте повторно холостую золу с применением того же объема концентрированной HCl или HNO₃ в качестве образцов.

4) Фосфор мешает определению кальция и может помешать определению магния в горелках воздух-C₂H₂. Устраните помехи путем добавления исходного раствора La в стандартный раствор и растворы проб, так чтобы окончательное разведение содержало 1% La. Фосфор не вмешивается в определение кальция при использовании горелки N₂O-C₂H₂.

5) Рекомендуется регулярно анализировать стандартный контрольный материал (такой, как в Национальном институте стандартов и технологий) для обеспечения точности определений. Выбирайте контрольный материал, как можно ближе соответствующий матрице анализируемого образца.

VII. Ссылки

1. AOAC International. 1995. Official Methods of Analysis of AOAC International. 16th ed. Method 965.09. The Association, Arlington, VA.

2. Gatehouse, B.M., and Willis, J.B. 1961. Performance of a simple atomic absorption spectrophotometer. Spectrochim. Acta 17:710.

3. Zook, E.G., Greene, F.E., and Morris, E.R. 1970. Nutrient composition of selected wheats and wheat products. VI. Distribution of manganese, copper, nickel, zinc, magnesium, lead, tin, cadmium, chromium, and selenium as determined by atomic absorption spectroscopy and colorimetry. Cereal Chem. 47:720

Приложение 2 – ОБЩИЕ ПРИНЦИПЫ ПОСТРОЕНИЯ ПРОЦЕССА ОБОГАЩЕНИЯ МУКИ

Обеспечение стандартизированных процедур и регистрации процесса обогащения:

1) Хранение обогатителей хорошо защищенными от воздействия света или в условиях, установленных производителем. Идеально хранение обогатительных смесей в оригинальных контейнерах. После вскрытия контейнера следует обеспечить минимальное воздействие света и воздуха, во избежание разложения продукта.

2) Оформление и ведение записей о сертификации соответствия для каждой партии обогатительных смесей.

3) Введение и соблюдение строгого порядка складского оборота для предотвращения потери свойств в старых запасах и для соблюдения срока годности продукта. Рекомендуется применять для этой цели систему «первым получен – первым выдан».

4) Учет качества при закупке зерна;

5) Учет состава и применения обогатительных смесей;

6) Производственный учет объемов обогащенной хлебопекарной муки;

7) Помесячный учет объемов использованных обогатительных смесей. Такой учет должен соответствовать учету ежемесячных объемов производства;

8) Обеспечение контроля всех критических этапов производственного процесса для обеспечения правильной дозировки с помощью следующих мер:

9) Проверка подачи обогатительных смесей на предмет внесения правильных доз. Это можно сделать путем измерения веса обогатительной смеси, подаваемой в течение определенного времени (1 или 2 минуты), и сравнения данных замеров с заданной массой вводимых обогатительных смесей.

10) Частые визуальные проверки введения обогатительных смесей с заданной периодичностью в месте введения и отсутствия нарушений технологического процесса дозирования засоров, учет таких проверок.

11) Проведение регулярных выборочных проверок присутствия железа в хлебной муке на объединенных посменных пробах обогащенной муки.

12) Отбор индивидуальных проб обогащенной муки осуществляется с интервалом 2 часа из которых в последующем формируют среднесменный образец для контроля наличия в нем обогащающего железа.

Погрешность в исследованиях

Лаборатории должны тщательно перемешивать индивидуальные пробы, при формировании среднесменного образца полученные от лаборантов по заданию или под присмотром проверяющего.

Затем лаборатории мукомольного предприятия или уполномоченного органа в случае внешней проверки проводят отбор пробы для анализа из этого среднесменного образца и осуществляют лабораторный анализ наличия железа – определение возможно, на двух пробах из одного среднесменного образца, дважды на одном экстракте, но не на одной и той же пробе.

Общая погрешность

Лабораторная погрешность может быть высока – при 95% достоверности в отношении анализа железа и витаминов в обогащенном продукте результат = $\pm 15-20\%$.

Распределить 200 г премикса или предсмеси в 1000 кг муки непросто, даже в очень хорошем миксере, так что принимается вариант $>30\%$.

Контроль качества обогащения железом на мукомольных предприятиях

Указанные далее меры при приемке и хранении обогащающего премикса или смеси с железом помогут мукомольному предприятию обеспечить наличие и распределение железа в готовом продукте:

1) Требование к поставщикам о включении сертификата соответствия в каждую отгрузку. Копия сертификата соответствия должна храниться в постоянных учетных записях.

2) Поддержание порядка «первым получен – первым выдан». Нумерация лотов соответственно порядку их получения. Для каждого лота следует записывать на стикере номер и дату получения.

3) Организация зоны хранения с учетом порядка «первым получен – первым выдан». Хранение мешков или ящиков обогащающего субстрата с железом в последовательном порядке, так чтобы более ранние поступления выдавались первыми.

4) Хранение обогащающего железа в условиях, обеспечивающих его качество и предотвращающих загрязнение или разложение.

5) Учет и контроль перемещения обогащающего железа на склад и со склада, и контроль объемов, применяемых в производстве.

6) Постоянный учет возвращенных материалов и их использование и контроль.

7) Поддержание достаточного запаса обогащающего премикса или предсмеси с железом. Своевременный запрос отделу снабжения на заказ новой поставки для предотвращения перебоев в производстве обогащенной муки.

8) Для подтверждения соответствия состава обогащающей смеси железа техническим условиям следует отправить образцы на лабораторный анализ в течение трех месяцев с даты поступления.

Упаковка, хранение и обработка готовой смеси

Готовые предсмеси являются концентрированным источником железа и других микроэлементов. Избыточный прием железа может быть вредным. Прием доз с низкой концентрацией в течение продолжительного времени также может быть неэффективным. По этой причине упаковки с премиксом или предсмесью должны быть тщательно промаркированы «Непригодно для непосредственного приема в пищу», а работники мукомольного предприятия должны понимать и следовать данному предупреждению. Операторы мукомольного предприятия должны принимать меры предосторожности, такие как маски от пыли, перчатки и т.п., для предотвращения вдыхания и воздействия на кожу готовых смесей или обогащающего премикса.

С готовыми смесями с обогащающим железом следует обращаться так, чтобы свести к минимуму разложение состава. Их следует хранить в хорошо проветриваемых помещениях при низкой или средней температуре (предпочтительно не выше 25°C), вдали от источников влажности. Объем необходимых коммерческих смесей или обогащающего премикса с железом следует рассчитывать и приобретать в достаточно малых количествах, чтобы не было необходимости их хранить в течение длительного времени. При открытии ящика с готовой смесью или обогащающим премиксом с железом их следует использовать в течение указанного срока годности.

Обогащение муки в непрерывной системе и в системе периодической загрузки

Для ввода премикса или смеси в поток муки применяются объемные или весовые дозаторы (фидеры).

В непрерывной системе помола обогащающее железо или готовая смесь добавляются непрерывно и постепенно в виде легкосыпучего сухого порошка, в пропорции в зависимости от и пропорционально производительности подачи муки на производственный конвейер (150 г на тонну для муки в/с и 120 – для муки 1с). Гомогенность микроэлементов в обогащенной муке во многом зависит от расположения фидера, и очень важно обеспечить хорошее смешивание микроэлементов в муке. Две

наиболее распространенных площадки для добавления премикса: 1) перед транспортными машинами типа шнека, что обеспечивает хорошее смешивание, и 2) место, где мука проходит сортообразование, объединяясь из различных потоков, что обеспечивает отличное смешивание. Не рекомендуется ставить фидеры непосредственно перед пневмотранспортными системами, способствующими выносу введенного премикса из муки в отходы и перед системами магнитной защиты.

Мелкие и средние мукомольные предприятия могут обогащать муку с применением системы периодической загрузки, где мука обогащается отдельными партиями, а не непрерывным процессом в обогатителях бункерного или иного типа. При обогащении периодической загрузкой препарат железа отмеряется по весу или объему и добавляется в миксер каждой партии, частично или полностью загруженный мукой. Тщательно перемешанная обогащенная мука затем транспортируется в упаковочные емкости, и далее обогащается следующая партия муки. Время удовлетворительного смешивания устанавливается опытным путем.

Контроль качества обогащающего железа или готовой смеси

Препарат железа или готовая смесь должны храниться при условиях, указанных производителем. Физические характеристики, такие как цвет, текстура и запах, следует проверить визуально. Железо или готовая смесь должны быть легкосыпучими, без комков или постороннего запаха. В протоколе проведения испытаний, предоставленном производителем, необходимо рассмотреть сорт, мелкие частицы, концентрацию железа. Железо необходимо проанализировать с помощью полуколичественного выборочного испытания для обеспечения уровня железа. Методы анализа представлены в Части 3 настоящей инструкции. Все эти наблюдения вместе со всеми коррекционными действиями, предпринятыми в случае неисполнения необходимых технических условий, необходимо должным образом задокументировать и хранить в свободном доступе. Приложение 3 представляет пример регистрационной формы, которую можно использовать для этих целей.

Контроль качества готовой смеси железа (ВМС) с мукой на мукомольном предприятии

Готовая смесь муки и препарата железа на мукомольном предприятии должна пройти анализ количественными методами с целью проверки концентрации железа в смеси. Количество железа в смеси должно составлять не более 10% в обе стороны от указанного среднего значения. Методы проведения анализа для определения количества железа в смеси муки и препарата железа и в обогащающем железе представлены в 3 части настоящей инструкции.

Руководство предприятия несет ответственность за контроль качества готовой смеси муки и препарата железа, дату производства и за добавки в бункер бестарного хранения муки. Даты и результаты всех химических анализов должны должным образом документироваться. Приложение #3 представляет пример регистрационной формы, которую можно использовать для этих целей.

Контроль качества обогащения муки

Для надзора и контроля добавок препаратов железа в муку можно применить 4 метода. Важно должным образом документировать все результаты процесса контроля качества. Пример документирования результатов контроля качества обогащенной муки приводится в Приложении.

1. Складской учет готовых смесей

Сравнение количества использованной готовой смеси с производственным учетом муки является простым способом определения, правильное ли количество смеси было

использовано. Другой способ – получение соотношения количества произведенной обогащенной муки к количеству смеси, использованной в заранее определенный период времени. Эти методы предоставляют общую информацию, было ли использовано необходимое количество готовой смеси. Руководство мукомольного предприятия может добавить эту задачу в перечень ежедневных действий по контролю качества.

2. Регулярные проверки веса

В этом случае под фидер на 1 – 3 минуты подается емкость для сбора обогащающего состава, и состав взвешивается для определения, какое количество обогащающего состава фидер выдает при существующей установке. Для низкой скорости подачи добавок применяется более длительное время сбора. Проверки веса следует производить при каждом отборе образцов для рутинного анализа качества, примерно каждые два часа. Лаборант должен записывать время, фактическую норму введения и настройки фидера и сравнив с заданной нормой дать задание оператору на регулирование фидера в случае несовпадения. Доступны также фидеры с с весовым принципом дозирования, в которых величина поступления витаминно- минеральной смеси в поток муки регулируется мощностью мучного потока. Окончание поступления обогащающего железа в таких фидерах должно соответствовать расчетному нормативу его подачи, и фидер можно отрегулировать на основании этих результатов. Руководство мукомольного предприятия может добавить эту задачу в перечень ежедневных действий по контролю качества.

3. Выборочные тесты

Мукомольные предприятия могут применять простой количественный выборочный тест для определения, обогащается ли мука, либо полуколичественный выборочный тест, позволяющий грубо определить избыточность или недостаточность обогащения муки. Выборочные тесты выполняются быстро и просто, и могут применяться в завершающих технологию точках производственной линии: в пункте упаковки мешков можно убедиться, что мука обогащена в установленных рамках содержания железа. Результаты количественного или полуколичественного теста, однако, недостаточно точны для регулировки фидера и применяются в начале настройки технологического процесса обогащения. Текущая регулировка фидера описана выше. Рекомендуется проводить полуколичественные выборочные тесты каждый раз, когда предприятие проводит процедуры контроля качества (например, на определение влажности или цвета), примерно не чаще раза в смену по среднесменному образцу, сформированному за 12 часов, в непрерывном процессе обогащения либо для каждой партии при обогащении периодической загрузкой. Руководство лаборатории или лаборант несут ответственность за проведение этих тестов.

4. Качественные испытания

Качественные испытания обеспечивают точные данные о количестве железа в муке и отражают эффективность всего производственного процесса. В идеале, образцы муки, отобранные для полуколичественного выборочного теста, следует объединять по каждой производственной смене, хорошо смешивать и проводить анализ.

Руководство лаборатории или лаборант несут ответственность за проведение этих тестов.

Отбор образцов муки для химических анализов

Место отбора образцов муки, процедура отбора образцов и метод отбора и обработки являются критичными для получения точных и достоверных результатов. Образцы отбираются в точке производственной линии после добавления обогащающих веществ и после смешивания обогащенной муки. Образцы до проведения анализов следует хранить вдали от источников высоких температур и влажности, вне прямых

солнечных лучей. Хороший образец представляет весь процесс производства, усредняя любые мгновенные изменения в процессе обогащения. Среднесменный образец можно получить «выхватыванием» порции муки в определенной точке производственной линии каждые два часа в смену и смешиванием их вместе.

ХРАНЕНИЕ МУКИ

Организация зоны хранения муки с учетом порядка «первым произведен – первым выдан». Хранение мешков или упаковок в последовательном порядке, так чтобы более ранние поступления выдавались первыми.

Приложение 3 – Примеры журналов регистрации по ведению обогащения муки железом

Пример журнала контроля качества обогащающего железа или готовой смеси препарата железа

Дата получения	Партия #	Результаты визуального осмотра			Протокол анализа	Железо (м.д.) (полуколичественный тест)	Наблюдения / корректирующие действия
		Цвет	Сыпучесть	Запах			

Руководитель предприятия _____ Дата _____

Пример журнала контроля качества для смесей муки и препарата железа, составленных на мукомольном предприятии

Дата производства	№ партии	Дата тестирования на железо	Железо (м.д.) (количественный тест)	Дата применения в муке	Наблюдения / корректирующие действия

Руководитель предприятия _____ Дата _____

Пример журнала контроля качества обогащенной муки

Дата _____

Смена и время	Складской учет готовой смеси				Регулярные проверки веса			Полуколичественный выборочный тест (м.д.) ¹ Кол-во мешков произведено (А)	Количественный тест (м.д.) Кол-во упаковок обогатителя исп. (В)	Наблюдения / корректирующие действия А † В
	Время (ч)	Кол-во мешков произведено (А)	Кол-во упаковок обогатителя исп. (В)	А † В	Время (мин. & сек.)	Вес (мг)	Время (ч)			

Руководитель предприятия _____
Руководитель смены _____

Руководитель лаборатории _____

Приложение 4 – Методы оценки обогащения железом, рекомендованные для мукомольных предприятий (Внутренний контроль)

1. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД

А. Метод выборочного испытания

Этот метод, утвержденный Американской ассоциацией химиков по переработке зерновых продуктов (ААСС), применяется для количественного определения содержания железа в обогащенной муке (см. Приложение 3.3).

Принцип

Трехвалентное железо (у нас сегодня – электролитное железо) добавляется в муку и реагирует с тиоцианатом калия (KSCN) с образованием вещества красного цвета. Большое количество красных вкраплений и более глубокий красный цвет появляются в обогащенной муке в сравнении с необработанной мукой.

Преимущества

- 1) Это быстрый и простой метод, не требующий обработки проб.
- 2) Это недорогой метод: требуется всего два реагента - KSCN и HCL.
- 3) Такое исследование может проводить персонал после минимального предварительного обучения.
- 4) Метод не требует специальной лаборатории, тесты можно проводить прямо на предприятии в помещении и под охраной и учете пригодных для работы с прекурсорами.

Ограничения

Это не количественный анализ, т.е. не определяет количество железа в пробе. Но при подготовке эталонных фото образцов с заданным содержанием железа может существенно повысить контроль распределения и содержания железа в готовой продукции, при сравнении проб с ними.

Примечание

Этот метод показывает только наличие трехвалентного железа. Если железо добавляется в двухвалентной форме, пробу перед анализом следует окислить перекисью водорода для преобразования ее в трехвалентную форму.

Описание метода 1:

Количественный метод определения железа

Метод ААСС (Американской ассоциации химиков по переработке зерновых продуктов) 40-40

Первое утверждение 5 мая 1960 г; повторное утверждение 3 ноября 1999 г.

Данный метод количественно определяет наличие железа, добавленного в муку

I. Материалы

Квадратная стеклянная или оцинкованная железная пластина размером около 12 x 8 см

Пробоотборник

II. Оборудование

Нет

III. Реагент

Тиоцианат – Растворить 10 г KSCN в 100 мл воды. Смешать с равным объемом 2NHCL непосредственно перед применением.
Перекись водорода, 3%

IV. Процедура

Определение трехвалентного железа

- 1) Разровнять пробы необработанной и обогащенной муки на пластине вплотную друг к другу в обычном порядке (см. метод 14-10 далее (Описание метода 2)).
- 2) Капнуть примерно 1 мл реагента тиоцианата на границу двух проб муки, в количестве, достаточном для увлажнения участка примерно 1 дюйм в диаметре.
- 3) Оставить как минимум на 10 минут. В присутствии железосодержащих соединений на обогащенной муке появится более глубокий красный цвет, чем на необработанной. Небольшие местные вкрапления красного цвета проявятся через 20 минут, указывая на места отдельных частиц соединения железа. (Это дает некоторое представление о равномерности смеси).

V. Определение двухвалентного железа

- 1) Выполнить этапы 1 и 2, как описано выше.
- 2) Капнуть примерно 1 мл 3% раствора перекиси водорода на тот же участок, увлажненный реагентом тиоцианата.
- 3) Повторить этап 3, как описано выше. Двухвалентное железо окислится до трехвалентной формы.

VI. Частота отбора проб:

Два раза в смену

Описание метода 2:

Метод 14-10 – цветовой тест Пекара (определение по образцу)

Окончательное утверждение 13 апреля 1961 г.; повторное утверждение 3 ноября 1999 г.

I. Задача

Цвет муки, как зольность, является показателем производительности помола. Этот метод является качественной проверкой цвета муки. Цвет муки визуальным образом сравнивается со стандартным образцом муки.

II. Оборудование

- 1) Квадратная стеклянная или оцинкованная пластина размером примерно 12 см длиной и 8 см шириной.
- 2) Шпатель.

III. Процедура

- 1) Поместить примерно 10-15 г муки на стеклянную или железную пластину. Распределить ее прямой линией по одной стороне пластины с помощью шпателя. Распределить такое же количество стандартной муки, используемой для сравнения, таким же образом, так чтобы прямые края обеих проб параллельно соприкасались.
- 2) Осторожно переместить одну из проб так, чтобы она контактировала с другой, и разровнять обе пробы одним движением шпателя так, чтобы толщина слоя уменьшилась

с 0,5 см в центре пластины до тонкой пленки на краю. Линия раздела между двумя пробами должна быть четкой. Зафиксировать разницу цветов проб.

3) Чтобы подчеркнуть разницу в цвете, нужно шпателем срезать края слоя муки, формируя квадрат, и осторожно погрузить пластину с мукой в холодную воду на 1 минуту.

4) Высушить при 100°C и зафиксировать разницу в цвете во влажном состоянии и затем в полностью сухом.

Примечание

Поскольку исходная влажность муки имеет значительное влияние на результаты теста Пекара, стандартная мука и исследуемый образец должны быть примерно одного уровня влажности.

IV. Частота отбора проб: Два раза в смену

II. Полуколичественный метод

A. Метод выборочного тестирования

Данный метод является адаптацией метода качественного выборочного тестирования ААСС. Он был разработан и постоянно применяется в INCAP (Институт питания Центральной Америки и Панамы) для полуколичественного определения железа в муке.

Принцип

Двух- или трехвалентное железо, добавленное в муку, реагирует с тиоцианатом (KSCN) в присутствии перекиси водорода, с образованием вещества красного цвета. Количество выборок отражает грубо количество и равномерность распределения железа в пробе.

Преимущества

- 1) Это простой, быстрый и легкий способ, не требующий обработки пробы перед анализом.
- 2) Это недорого.
- 3) Персонал после минимального обучения может проводить такие исследования.

Ограничения

1. Это полуколичественный метод, обеспечивающий только грубую оценку количества железа в пробе.

Примечание

- 1) Можно определить наличие железа, добавленного в муку в двух- или трехвалентной форме.
- 2) Пробы муки с известной концентрацией железа можно протестировать, и результаты использовать в качестве справки для более точных оценок.

Описание метода 1:

Полуколичественное выборочное испытание на наличие железа

Метод INCAP IV

Адаптация качественного метода ААСС 40-40

I. Материалы

Предметное стекло

Пипетки

II. Оборудование

Нет

III. Реагенты и растворы

Соляная кислота HCl 37%, справочник Мерка 317.

Перекись водорода H₂O₂ 30%, справочник Мерка 7209 (можно заменить этот реагент на воду, насыщенную кислородом).

Тиоцианат калия, KSCN, справочник Мерка 5124 или 5125.

KSCN – 10%: Разбавить 10 г KSCN в 100 мл дистиллированной воды.

HCl – 2M: В 500 мл мензурку добавить 100 мл дистиллированной воды, затем 17 мл концентрированной HCl, и наконец 83 мл дистиллированной воды.

H₂O₂ – 3%: Добавить 9 мл концентрированной H₂O₂ (30%) к 81 мл дистиллированной воды.

Реагент 1

Непосредственно перед применением смешать равные количества 10% KSCN и 2M HCl. Отметить уровни в 20 и 40 мл на колбе с помощью дозатора. Добавить 2M HCl до первой отметки, и затем добавить 10% KSCN до второй отметки. Это реагент № 1. Использовать в течение одного дня. Остаток слить.

Реагент 2

3% H₂O₂. Слить остаток раствора в конце дня.

IV. Процедура

1) Взять пробу 10 г муки и поместить на предметное стекло. Нижней частью второго стекла прижать образец муки так, чтобы образовалась плоская поверхность.

2) Добавить 5 капель реагента 1 пипеткой так, чтобы он покрывал площадь примерно 4x4 см. Оставить на 15 – 30 секунд.

3) Добавить 5 капель реагента 2 на поверхность, покрытую реагентом 1. Оставить на 1-2 минуты.

V. Интерпретация

Появление красных вкраплений указывает на наличие железа. Количество вкраплений грубо отображает количество и равномерность распределения железа в пробе. Если необходима более точная оценка, нужно провести анализ проб с известными концентрациями железа (30, 60 и 90 м.д.) и сравнить результаты с тестовыми образцами.

В. Колориметрический метод

Этот метод был разработан Институтом питания Центральной Америки и Панамы (INCAP) и постоянно применяется в его лаборатории для полуколичественного определения железа в муке (см. Приложение 3.5).

Принцип

После полного сжигания органического материала и озоления пробы железо растворяется в слабокислом растворе и восстанавливается путем добавления гидроксилamina гидрохлорида. Двухвалентное железо реагирует с хромогеном батофенантролином, с образованием вещества розового цвета. Интенсивность цвета представляет собой приблизительную оценку количества железа в пробе.

Преимущества

- 1) Метод применим к различным видам пищевых продуктов и ингредиентов.
- 2) Метод относительно недорог.
- 3) Анализ может проводить персонал, прошедший минимальное обучение.

Ограничения

- 1) Это полуколичественный метод, но дает более точную оценку, чем полуколичественный выборочный тест.
- 2) Эта процедура требует времени, поскольку включает сухое озоление в течение ночи. Пробы с высоким содержанием белка могут потребовать больше времени для озоления.
- 3) Метод включает в себя обращение с растворами горячей кислоты, следовательно, необходимо принимать соответствующие меры предосторожности.

Примечания

- 1) Метод основан на визуальной дифференциации или категоризации, и не требует спектрофотометра.
- 2) Гидроксиламин гидрохлорид должен храниться в холодильнике.
- 3) Можно заменить хромоген батофенантролин на α, α -дипиридил. Однако некоторое различие в цвете сложнее определить при применении реагента дипиридила.

Описание метода 2:

Полуколичественное колориметрическое определение железа в муке Метод INCAPV

INCAP, Химическая и биохимическая лаборатория

Редакция № 2; апрель 1997 г.

Данный метод включает в себя полное сжигание органического материала с озолением пробы. Затем зола растворяется в кислоте, и присутствующее железо восстанавливается путем добавления гидроксиламина гидрохлорида. Двухвалентное железо определяется путем образования розового цвета в присутствии хромогена батофенантролина (4,7-дифенил-1,10-фенантролин-дисульфокислота).

I. Материалы

Мерные колбы – 25, 100 и 1000 мл
Мензурки – 500 мл
Бюретки – 25 мл
Фарфоровые тигли
Градуированные пробирки
Серологические пипетки – 5 и 10 мл
Объемные дозаторы – 1, 2 и 5 мл
Пробирки – 10 мл

II. Оборудование

Лабораторные весы (1 мг)
Электроплитка
Муфельная печь

III. Реагенты

Ацетат натрия ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 99%, Fe < 200 мг/кг, РМ 136.08,
справочник Меркаст. 6267

Соляная кислота (HCl), 37%, 1,19 г/мл, Fe<28 мг/мл, РМ 36.46, справочник Мерка ст. 317

Батофенантролин, 4,7-дифенил-1,10-фенантролин-дисульфокислота (C₂₄H₁₆N₂O₆S₂), РМ (свободная кислота, ангидрит) 492.5, Сигма В-1375

Гидроксиламин гидрохлорид (NH₂OH·HCl), РМ 69.49, справочник Бейкера 2196

Стандартный раствор железа 1 г, справочник Бейкера DILUT-IT 4777, или любой другой стандартный раствор железа, в том числе железоаммонийные квасцы.

Дистиллированная вода, Fe<1 мг/дл

А. Подготовка растворов

Соляная кислота (HCl), 6М: Добавить 200 мл дистиллированной воды в 500 мл мензурку. Постепенно добавить 250 мл концентрированной HCl. Охладить и перелить в 500 мл мерную колбу и довести до объема дистиллированной водой. Перелить в стеклянную колбу и закрыть стеклянной пробкой. Стабильность этого раствора неограниченная.

HCl, 0.96М: Добавить 168 мл дистиллированной воды в 500 мл мензурку. Постепенно добавить 32 мл 6МHCl. Перелить в стеклянную колбу и закрыть стеклянной пробкой. Стабильность этого раствора неограниченная.

Гидроксиламина гидрохлорид, 10%: В 500 мл мензурку добавить 50 г гидроксиламина гидрохлорида, а затем 400 мл дистиллированной воды. Размешать стеклянной палочкой. После полного растворения перелить в 500 мл мерную колбу и довести до объема дистиллированной водой. Перелить в стеклянную колбу и закрыть стеклянной пробкой. Стабильность этого раствора неограниченная.

Батофенантролин, 0,025% в ацетате натрия, 2М (Батофенантролин-0,025%/СНЗСООНa-2М): Добавить в 500 мл мензурку 108,8 г ацетата натрия тригидрата и 0,10 г батофенантролина. Добавить 400 мл дистиллированной воды. Полностью размешать стеклянной палочкой при легком нагревании, при необходимости. Следует убедиться, что батофенантролин полностью растворился, поскольку он плохо растворяется при комнатной температуре. Хранить в стеклянной или пластиковой колбе. Вылить раствор, если появится розовый цвет, поскольку это указывает на наличие загрязнения препаратом железа. Раствор стабилен в течение 3 - 4 месяцев.

В. Подготовка стандартного раствора железа

Стандартный раствор, 1000 м.д.: Растворить дистиллированной водой реагент DILUT-IT, согласно инструкциям производителя, в 1 л колбе. Либо растворить 3,512 г Fe(NH₄)₂(SO₄)·6H₂O в дистиллированной воде, добавить 2 капли концентрированной HCl и разбавить до 500 мл.

Стандартный раствор, 10м.д.: Влить в 100 мл колбу 1,0 мл (отмеренный дозатором) стандартного раствора железа 1000 м.д. Затем добавить 16 мл 6М HCl и разбавить до объема дистиллированной водой.

Стандартные растворы для визуального сравнения: Следует воспользоваться мерной колбой 25 мл. Для получения концентрации в 0,0, 0,8, 1,6, 2,4 и 3,2 м.д., что эквивалентно 0, 20, 40, 60 и 80 м.д. (мг/кг) железа в муке, добавить 2 мл 6М HCl в каждую колбу, затем добавить 2,5 мл 10% раствора гидроксиламина и соответствующее количество 10 м.д. стандартного раствора железа (см. таблицу далее). Разбавить до объема дистиллированной водой. Закрывать стеклянной пробкой. Эти стандартные растворы стабильны в течение 2 – 4 недель.

Эквивалентная концентрация в мг железа / 1 кг муки	Реальная концентрация в мг железа / 1 м.д.	Объем 10 м.д. стандартного раствора железа для добавления (мл)
0	0,0	0,0
20	0,8	2,0
40	1,6	4,0
60	2,4	6,0
80	3,2	8,0

IV. Процедура

A. Озоление пробы

- 1) Аккуратно взвесить 2 г предварительно гомогенизированной пробы. Взвесить пробы в двух экземплярах. Пересыпать пробу в фарфоровый тигель.
- 2) Озолить пробу в муфельной печи при 500°C в течение 4 часов. Проба должным образом озолена, если зола белого или серого цвета. Охладить до комнатной температуры.

B. Растворение золы

- 1) Добавить 5 мл 6МНСl в фарфоровый тигель с омыванием кислотой стенок тигля, и выпарить на плитке до высыхания, принимая меры предосторожности, чтобы образец не вспыхнул в тигле.
- 2) Разбавить осадок точно в 5 мл 6МНСl и оставить на 5 минут на горячей плитке.
- 3) Отфильтровать в 50 мл мензурку с помощью дозатора Пастера. Промыть тигель несколькими порциями дистиллированной воды и количественно перелить содержимое в тигель.
- 4) Добавить 5 мл 10% раствора гидроксиламина в мензурку и перемешать мягким вращением мензурки. Дополнить до объема дистиллированной водой.

C. Определение наличия железа

- 1) Промаркировать пять 10 мл пробирок по 0, 20, 40, 60 и 80 м.д. стандартного раствора железа и две пробирки для проб озоленной муки.
- 2) Добавить 2 мл стандартных растворов железа и озоленных проб муки с помощью дозаторов.
- 3) Добавить 6 мл раствора батофенантролина-0,025%/ацетата натрия-2М с помощью бюретки. Оставить на 20 минут.
- 4) Сравнить цвет пробы с цветом стандартных растворов.

V. Интерпретация

Зафиксировать результаты в интервалах от 0 до 20, от 20 до 40, от 40 до 60 или от 60 до 80 м.д. Если интенсивность цвета превышает цвет стандартного раствора 80 м.д., разбавить 5 мл раствора пробы в 5 мл 0,96МНСl и перемешать. Повторить анализ с разбавленной пробой. Если цвет разбавленной пробы совпадает с интервалом от 20 до 40 м.д., реальная концентрация составляет от 40 до 60 м.д. железа.

VI. Примечания

Реагент батофенантролин можно заменить на реагент α,α -дипиридил (2,2'-бипиридин) [C₁₀H₈N₂, РМ 156.19, справочник Фишера D-95]. В этом случае следует

добавить 4 мл раствора хромогена вместо 6 мл. Недостаток применения реагента дипиридила в том, что небольшая разница в цвете труднее распознается.

VII. Частота отбора проб: один раз в день.

III. КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ МЕТОДЫ

A. Спектрофотометрический метод

Данный метод утвержден ААСС для количественного определения железа в зерне и зерновых продуктах питания.

Принцип

Органические компоненты пробы пищевого продукта разделяются сухим и влажным озолением при высокой температуре, и неорганические составляющие растворяются в слабом растворе кислоты. Растворимое двухвалентное железо реагирует с хромогенным агентом ортофенантролином в присутствии восстановителя (такого как гидроксилamina гидрохлорид), в результате получается вещество розового цвета. Концентрация железа определяется спектрофотометрическим поглощением при 510 нм.

Преимущества

- 1) Метод применим к различным типам пищевых продуктов и ингредиентов.
- 2) Это чувствительная технология с пределом обнаружения железа в пробе менее 1 м.д. (1 мкг/г или 1 мг/кг).
- 3) Это относительно недорогой метод в сравнении с атомно-абсорбционной спектроскопией (ААС) или эмиссионной спектроскопией.
- 4) Озоленный раствор можно использовать для определения других неорганических элементов.

Ограничения

- 1) Метод требует персонала, обученного обращению с агрессивными химикатами и работе со спектрофотометром или колориметром.
- 2) Эта процедура требует времени, поскольку включает сухое озоление в течение ночи. Пробы с высоким содержанием белка могут потребовать больше времени для озоления.

Примечания

- 1) Метод требует подготовки кривой стандартных растворов железа.
- 2) Реагенты следует хранить в холодильнике.
- 3) Хромогены кроме ортофенантролина, такие как α, α -дипиридил, батофенантролин и феррозин, также реагируют с двухвалентным железом, и широко применяются различными лабораториями для определения наличия железа (см. метод INCAPVI, Приложение 3.7).
- 4) Хотя рекомендуется сухое озоление, влажное озоление также может применяться для спектрофотометрического выявления железа.

Описание метода 1:

Спектрофотометрический метод Метод ААСС 40-41В

Окончательное утверждение 5 мая 1960 г.; повторное утверждение 3 ноября 1999 г.

Данный метод определяет содержание железа путем реакции с ортофенантролином и спектрофотометрическим измерением. Применим к зерновым продуктам и зерну.

I. Материалы

Мерная колба 1 л
Мерные колбы по 250 мл
Мерные колбы по 100 мл
Мерные колбы по 25 мл
Мензурки по 250 мл
Ручные градуированные пипетки до 1000 мл
Предметные стекла
Микродозаторы
Пробирки
Наконечники для «синих» дозаторов
Пробирки по 10 мл

II. Оборудование

Муфельная печь, поддерживающая температуру 550°C.
Платиновый, кремниевый или фарфоровый тигель примерно 60 мм в диаметре, объемом 35 мл. Фарфоровая чашка для выпаривания объемом около 25 мл. Не пользуйтесь чашками с плоским дном диаметром более 60 мм.

Спектрофотометр или колориметр
Пипетки Эппендорфа по 100 мл и 500 мл
Лабораторные весы
Вихревой смеситель
Электроплитка

III. Реагенты

1) Раствор ортофенантролина. Разбавить 0,1 г ортофенантролина в примерно 80 мл воды при 80°C, охладить и развести до 100 мл. Раствор хранить в склянке темного стекла в холодильнике (стабилен в течение нескольких недель).

2) Стандартный раствор железа, 10 мкг Fe/мл а) Разбавить 0,1 г химически чистого Fe в 20 мл HCl и 50 мл воды, и дополнить до 1 литра. Разбавить 100 мл этого раствора до 1 литра; или б) Растворить 3,512 г $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в воде, добавить 2 капли HCl, и разбавить до 500 мл. Разбавить 10 мл этого раствора до 1 литра.

3) Раствор гидроксиламина гидрохлорида. Растворить 10 г $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ в воде и разбавить до 100 мл. Хранить в склянке темного стекла в холодильнике (Этот раствор стабилен в течение нескольких недель).

4) Буферный раствор ацетата. Растворить 8,3 г обезвоженного ацетата натрия (предварительно высушенного при 100°C) в воде, добавить 12 мл уксусной кислоты, и разбавить до 100 мл (Может понадобиться повторно перегнать уксусную кислоту и очистить ацетат натрия рекристаллизацией из воды, в зависимости от количества Fe).

5) Подготовить рабочие стандартные растворы следующим образом: Поместить аликвоты 10 мкг/мл стандартного раствора согласно таблице далее в 100 мл мерной колбе, добавить 2 мл концентрированной HCl в каждую, и разбавить до объема.

Аликвота 10 мкг/мл раствора (мл)	Окончательная концентрация Fe (м.д.)
0	0
2	0,2
5	0,5
10	1,0

Аликвота 10 мкг/мл раствора (мл)	Окончательная концентрация Fe (м.д.)
15	1,5
20	2,0
25	2,5
30	3,0
35	3,5
40	4,0
45	4,5

Тщательно перемешать во вращающейся колбе 10-20 раз. Используя 10 мл каждого из этих стандартных растворов, продолжайте процедуру с 8 этапа.

б) Добавка для озоления

а. Раствор нитрата магния. Растворить 50 г $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ в воде и разбавить до 100 мл

или

б. Повторно перегнанная HNO_3

IV. Процедура

1) Аккуратно взвесить 2-10 г пробы (в зависимости от ожидаемой концентрации железа) в чистый тигель. (Начать готовить холостой раствор в том же порядке, как и пробу).

2) Обжечь на электроплитке или под инфракрасной лампой (вариант).

3) Озолить в муфельной печи при $\leq 550^\circ C$ в течение ночи. См. Примечания.

4) Вынуть тигель из печи и остудить при комнатной температуре.

5) Осторожно добавить 5 мл концентрированной HCl , ополаскивая кислотой стенки тигля. Выпарить до высыхания на паровой бане.

6) Растворить осадок путем добавления 2 мл концентрированной HCl , аккуратно перемешивая, накрыть предметным стеклом и нагревать 5 минут на паровой бане.

7) Ополоснуть предметное стекло водой, отфильтровать в 100 мл мерную колбу, разбавить до объема и тщательно перемешать.

8) Отмерить пипеткой 10 мл аликвоты в 25 мл мерную колбу, добавить 1 мл раствора гидроксиламина HCl . Тщательно перемешать.

9) Через 5 минут добавить 5 мл буферного раствора и 1 мл ортофенантролина, разбавить до объема. Тщательно перемешать.

10) Оставить на 30 минут, затем измерить поглощение раствора пробы, стандартных растворов и холостого раствора в спектрофотометре при 510 нм.

Примечание:

а) Если цвет слишком интенсивен, следует соответствующим образом разбавить раствор золы и продолжить процедуру с 8 этапа.

б) Полученный цвет стабилен в течение нескольких часов. Хранить вдали от прямых солнечных лучей.

V. Интерпретация / Расчеты

1) Нанести на график линию поглощения в зависимости от концентрации (в м.д.) для стандартных растворов.

2) Найти концентрацию раствора пробы на стандартной кривой, вычитая значения для холостой пробы из каждой пробы.

3) Содержание железа (мг/100 г) = $(C \times DF \times 10) \div W$

где C = концентрация раствора пробы (в м.д.), DF = коэффициент разведения (если растворы разбавлялись) с этапа 10, Примечание а, W = вес пробы в граммах.

Примечания

Для уменьшения времени озоления или в случае с пробами, которые не горят практически без углерода можно применить следующие озолерующие добавки: Увлажнить золу а) 0,5-1,0 мл раствора нитрата магния *или* б) повторно перегнанной HNO_3 . Высушить содержимое и осторожно обжечь в муфельной печи, избегая разбрызгивания (в большинстве случаев получится белая зола без углерода). Не добавлять эти озолерующие добавки в муку с разрыхлителями (продуктами, содержащими NaCl) в платиновой лабораторной посуде – возможна бурная реакция.

VI. Частота отбора проб: один раз в день

Описание метода 2:

Спектрофотометрический анализ для количественного определения железа в пищевых продуктах Метод INCAPVI

INCAP, Химическая и биохимическая лаборатория
Редакция No.3; апрель 1997 г.

Для анализа неорганического железа в пищевых продуктах, вначале органический материал сжигается для озоления. Полученная зола затем растворяется, и железо восстанавливается в двухвалентной форме путем добавления гидроксилamina. Двухвалентное железо определяется спектрофотометрически после образования окрашенного вещества с каким-либо из следующих хромогенов: α, α -дипиридил (2,2'-бипиридин), батофенантролин (4,7-1,10-фенантролин-дифенилсульфоокислота), или феррозин (3-(2-пиридил)-5,6-бис(4-фенилсульфоокислота)-1,2,4-триазин. Максимум поглощения окрашенного раствора - 521 нм для дипиридила, 535 нм для батофенантролина и 562 нм для феррозина. Реакция, ведущая к образованию цвета, чувствительна к уровню pH, поэтому pH раствора поддерживается путем добавления буфера 2М ацетата натрия.

I. Материалы

Мерная колба 1 л
Мерные колбы по 250 мл
Мерные колбы по 100 мл
Мерные колбы по 25 мл
Мензурки по 250 мл
Ручные градуированные пипетки(200-1000 мл)
Фарфоровые тигли
Предметные стекла
Микродозаторы
Мерные пробирки
Наконечники для «синих» дозаторов
Пробирки по 10 мл

II. Оборудование

Вихревой смеситель
Лабораторные весы
Спектрофотометр (521, 535 или 562 нм)
Электроплитка
Муфельная печь
Пипетки Эппендорфа по 100 мл и 500 мл

III. Реагенты

Ацетатнатрия ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 99%, $\text{Fe} < 200$ мг/кг, РМ 136.08, справочник Меркаст. 6267

Соляная кислота (HCl), 37%, 1.19 г/мл, $\text{Fe} < 28$ мг/мл, РМ 36.46, справочник Мерка ст. 317

А,α-дипиридил (2,2'-бипиридин) ($\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2$), РМ 156.19, справочник Фишера D-95 или

Батофенантролин, 4,7-дифенил-1,10-фенантролин-дисульфокислота ($\text{C}_{24}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}_2$), РМ (свободная кислота, ангидрит) 492.5, Сигма В-1375

Гидроксиламин гидрохлорид ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), РМ 69.49, справочник Бейкера 2196

Стандартные растворы железа, выбрать из вариантов:

- Электролитическое железо, справочник Мерка 3810 или справочник Бейкера 2234

- Железоаммонийные квасцы, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, справочник Мерка 3792

- Стандартное железо, справочник Мерка 19781

IV. Процедура

А. Подготовка растворов

Соляная кислота (HCl), 6М: Добавить 200 мл дистиллированной воды в 500 мл мензурку. Постепенно добавить 250 мл концентрированной HCl . Охладить и перелить в 500 мл мерную колбу и довести до объема дистиллированной водой. Перелить в стеклянную колбу и закрыть пробкой. Стабильность этого раствора неограниченная.

HCl , 0,96М: Добавить 168 мл дистиллированной воды в 500 мл мензурку. Постепенно добавить 32 мл 6М HCl . Перелить в стеклянную колбу и закрыть пробкой. Стабильность этого раствора неограниченная.

Гидроксиламина гидрохлорид, 10%: В 500 мл мензурку добавить 50 г гидроксиламина гидрохлорида, а затем 400 мл дистиллированной воды. Размешать стеклянной палочкой. После полного растворения перелить в 500 мл мерную колбу и довести до объема дистиллированной водой. Перелить в стеклянную колбу и закрыть пробкой. Стабильность этого раствора неограниченная.

Дипиридил, 0.025% в ацетате натрия, 2М: В 500 мл мензурку добавить 108,8 г тригидрата ацетата натрия и 0,10 г дипиридила. Добавить 400 мл дистиллированной воды. Полностью растворить путем легкого подогрева при необходимости. Следует убедиться, что батофенантролин полностью растворился, поскольку он плохо растворяется при комнатной температуре. Хранить в стеклянной или пластиковой колбе. Вылить раствор, если появится розовый цвет, поскольку это указывает на наличие загрязнения препаратом железа. Раствор стабилен в течение 3 или 4 месяцев.

Батофенантролин, 0,025% в ацетате натрия, 2М (Батофенантролин-0,025%/CH₃COONa-2М): Добавить в 500 мл мензурку 108,8 г ацетата натрия тригидрата и 0,10 г батофенантролина. Добавить 400 мл дистиллированной воды. Полностью размешать стеклянной палочкой при легком нагревании, при необходимости. Следует убедиться, что батофенантролин полностью растворился, поскольку он плохо растворяется при комнатной температуре. Хранить в стеклянной или пластиковой колбе. Вылить раствор, если появится розовый цвет, поскольку это указывает на наличие загрязнения препаратом железа. Раствор стабилен в течение 3 - 4 месяцев.

В. Подготовка стандартного раствора железа

Стандартный раствор, 1000 м.д.: Растворить дистиллированной водой реагент DILUT-IT, согласно инструкциям производителя, в 1 л колбе. Либо растворить 3,512 г $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в дистиллированной воде, добавить 2 капли концентрированной HCl и разбавить до 500 мл.

Стандартный раствор, 10 м.д.: Влить в 100 мл колбу 1,0 мл (отмеренный дозатором) стандартного раствора железа 1000 м.д. Затем добавить 16 мл 6М HCl и разбавить до объема дистиллированной водой.

Подготовка стандартных растворов: Подготовить стандартные растворы в 100 мл мерных колбах. Для получения концентраций 0,0, 0,3, 0,6, 1,2, 2,4 и 4,0 м.д., что эквивалентно 0, 7,5, 15, 30, 60 и 100 м.д. (мг/кг) железа в муке, добавить 8 мл 6М HCl в каждую колбу, затем добавить соответствующее количество 10 м.д. стандартного раствора железа (см. таблицу далее). Разбавить до объема дистиллированной водой. Хранить в колбах темного стекла и закрытыми стеклянными пробками. Эти стандартные растворы стабильны в течение 2 – 4 недель.

Реальная концентрация в мг железа/ л (м.д.)	Объем 10 м.д. стандартного раствора железа для добавления (мл)
0,0	0
0,3	3
0,6	6
1,2	12
2,4	24
4,0	40

С. Озоление пробы

- 1) Аккуратно взвесить 2 г предварительно гомогенизированной пробы. Взвесить пробы в двух экземплярах. Пересыпать пробу в фарфоровый тигель.
- 2) Озолить пробу в муфельной печи при 500°C в течение 4 часов. Проба должным образом озолена, если зола белого или серого цвета. Охладить до комнатной температуры.

Д. Растворение золы

- 1) Добавить 5 мл 6М HCl в фарфоровый тигель с омыванием кислотой стенок тигля, и выпарить на плитке до высыхания, принимая меры предосторожности, чтобы образец не вспыхнул в тигле.
- 2) Разбавить осадок точно в 5 мл 6М HCl и оставить на 5 минут на горячей плитке.
- 3) Отфильтровать в 50 мл мензурку. Промыть тигель несколькими порциями дистиллированной воды и количественно перелить содержимое в тигель.

Е. Определение наличия железа

- 1) Промаркировать в двух экземплярах 10 мл пробирки для стандартных растворов (0,0, 0,3, 0,6, 1,2, 2,4, 4,0 и до 10 м.д.), контрольный раствор и пробы.
- 2) Добавить в каждую соответствующую пробирку 5 мл стандартного раствора, контрольного раствора или раствора пробы.
- 3) Добавить 0,5 мл 10% раствора гидросиламина. Перемешать вихревым способом.

4) Добавить 4 мл дипиридила-0,025%/ацетата натрия-2М или раствора батофенантролина-0,025%/ацетата натрия-2М. Перемешать вихревым способом и оставить на 20 минут.

5) Замерить поглощение раствора в каждой пробирке спектрофотометром при 521 нм для дипиридила или 535 нм для батофенантролина. Установить прибор на ноль с помощью дистиллированной воды.

Г. Интерпретация / Расчеты

1) Нанести на график концентрацию железа в м.д. (у) в зависимости от поглощения (х).

2) Концентрацию железа можно рассчитать регрессионным уравнением. Для расчета концентрации железа в мг железа на кг продукта нужно умножить результаты, полученные в м.д. (мг/л) следующим образом:

$$\text{Железо (мг/кг)} = \text{концентрация железа (мг/л)} \times [(50 \times 10^{-3} \text{L}) / (\text{проба в кг})]$$

$$\text{Железо (мг/кг)} = \text{концентрация железа (м.д.)} / \text{вес (г)} \times 50$$

Г. Примечания

1) Необходимо убедиться, что вся лабораторная стеклянная посуда пригодна для анализов минеральных веществ. Реагенты должны быть аналитической степени чистоты с настолько низкой концентрацией железа, насколько это возможно.

2) Следует использовать только дистиллированную и деионизированную воду с проводимостью менее 2 мСм/см или 10^{-6} (ом см)⁻¹.

3) При применении хромогена дипиридила крайне важно поддерживать уровень рН раствора между 5 и 6. При необходимости, добавить буферный раствор ацетата натрия.

Микро-проба: Если есть ручные пипетки и пипетки Эппендорфа, а также спектрофотометр с функцией измерения мелких клеток, этот метод можно применять в «микро» версии. Расчеты аналогичны «макро» методу.

1) Маркировать в двух экземплярах 10 мл пробирки для стандартных растворов (0,0, 0,3, 0,6, 1,2, 2,4, 4,0 и до 100 м.д.), для контрольного раствора и раствора пробы.

2) Добавить в каждую соответствующую пробирку по 1 мл стандартного, контрольного раствора или раствора пробы.

3) Добавить 0,1 мл 10% раствора гидросиламина и перемешать вихревым способом.

4) Добавить 0,75 мл раствора дипиридила-0,025%/ацетата натрия-2М или батофенантролина-0,025%/ацетата натрия-2М. Перемешать вихревым способом и оставить на 20 минут.

5) Измерить поглощение раствора в каждой пробирке спектрофотометром при 521 нм для дипиридила или 535 нм для батофенантролина.

6) Установить прибор на ноль с помощью дистиллированной воды.

Н. Частота отбора проб: один раз в день

ПРИМЕЧАНИЕ: Руководство мукомольного предприятия должно помнить, что то, что нельзя измерить, то нельзя проконтролировать.

1) Если вы что-то можете измерить, еще не означает, что вы должны это делать.

2) Необходимо сделать все записи доступными для проверок по требованию властей, ответственных за контроль программы обогащения продуктов питания и за

проверки и контроль всех обогащенных пищевых продуктов.

3) Кодекс Алиментариус (CodexCACGL 50) рекомендует инспекторам отбирать пробы из количества, равного квадратному корню из общего количества упаковочных единиц, то есть если на складе 60 000 мешков, то инспектор отбирает пробы из 245 мешков, соединяет их, тщательно смешивает и делит на пробы для анализа.

4) Изъятие упаковки с упаковочной линии отбором проб не является.

5) Мукомольное предприятие сохраняет мелкие образцы, отобранные за каждый час производства, и соединяет их вместе, у инспектора должно быть разрешение на отбор проб из этих образцов.

Список литературы

1. Кодекс РК «О здоровье народа и системе здравоохранения», Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-ІІ ЗРК.

2. Постановление Правительства Республики Казахстан от 19 января 2008 года №32 «Об утверждении Правил обогащения (фортификации) пищевой продукции, подлежащей санитарно-эпидемиологическому надзору».

3. Шлезингер Х.И., ван Валькенбург Х.Б. 1931. Структура тиоцианата железа и анализ тиоцианата железа. Ж. Амер. хим. асс., 53: 1212.

4. Олкок А.В., Эдигер Н.Д. 1929. Влияние влажности муки на пробу Пекара. Биохимия зерна, 6: 410.

5. Ассоциация химиков-аналитиков на государственной службе (АОАС) Официальные методы анализа (1984), No. 14.011, JAOAC 27: 86, 396, 1944; 28: 77, 1945.

6. Эндрюс Дж.С., Фелт С. Содержание железа в зерне. Биохимия зерна 18:8 19. АОАС Инт. 1998. Официальные методы анализа Ассоциации АОАС Инт., 16 редакция, 4 издание. Методика 944.02. Ассоциация. Гетерсбург, МД.

7. Хоу М. 1944. Отчет подкомиссии по методикам анализа 1943-44 на определение уровня железа в зерновых продуктах. Биохимия зерна, 21: 412.

8. Ассоциация химико-аналитиков на государственной службе (АОАС). Официальные методы анализа (1984). No. 14.011. JAOAC 27: 86, 396, 1944; 28: 77, 1945. Измерение статуса железа. 1985. Отчет Международной консультативной группы по дефицитной анемии (INACG).