



ЭКОНИКС
ЭКСПЕРТ

Научно-производственное предприятие
«Эконикс-Эксперт»

Практическое руководство по применению комплекта «МИКОН-2» для определения концентрации нитратов в продукции растениеводства и продуктах переработки плодов и овощей



МИКОН – торговая марка ионометрических комплексов, разрабатываемых компанией НИКО АНАЛИТ с 1989 года.

Приборная серия «МИКОН-2» – совместная разработка ООО «НИКО АНАЛИТ» и ООО «Эконикс-Эксперт», реализующая практически все ионометрические методики выполнения измерений, имеющих статус государственного стандарта (ГОСТ) или широко применяемого отраслевого стандарта (ОСТ).

Перепечатка запрещена

Настоящее руководство разработано ООО «НИКО АНАЛИТ» и ООО «Эконикс-Эксперт» и является описанием процедуры работы с комплектом «МИКОН-2» при ионометрическом определении концентрации нитратов в растительной продукции.

Методы измерений и пробоподготовки соответствуют «Методическим указаниям № 5048-89 по определению нитратов в продукции растениеводства» (утв. Минздравом СССР, 1989) и ГОСТу 29270-95 «Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов».

Сущность предписанного этими нормативными документами метода состоит в экстракции нитратов из анализируемой продукции 1%-ным раствором алюмокалиевых квасцов с последующим измерением в полученной суспензии концентрации нитрат-иона и пересчётом её по приложенным таблицам в содержание нитратов в анализируемой продукции с учётом степени разбавления при пробоподготовке. Для ускорения анализа «Методические указания № 5048-89» допускают использование сока анализируемой продукции.

Основу комплекта «МИКОН-2» составляют ионоселективный электрод ЭЛИТ-021 (нитрат) и специально модифицированный иономер «Эксперт-001», отличительной особенностью которого является то, что в нем максимально упрощены процедуры калибровки, измерений и обработки результатов, предписываемые указанными нормативными документами. В частности, нет необходимости пользоваться таблицами пересчёта. Прибор автоматически производит пересчёт результатов измерений в требуемые единицы содержания нитратов в отобранной для анализа продукции (мг/кг или мг/л) и отображает их на дисплее.

При этом сам прибор сохраняет все функции универсального рН-метра-иономера.

СОДЕРЖАНИЕ

1	АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ.....	4
2	ПОДГОТОВКА К ИССЛЕДОВАНИЮ.....	5
2.1	Отбор проб.....	5
2.2	Приготовление экстрагирующего раствора общего назначения (раствор алюмокалиевых квасцов с массовой долей 1%).....	5
2.3	Приготовление специального экстрагирующего раствора.....	5
2.4	Приготовление основного 0,1 моль/л раствора азотнокислого калия (натрия).....	5
2.5	Приготовление растворов сравнения (градуировочных растворов)..	6
2.6	Подготовка электродов.....	6
2.7	Подготовка проб для анализа.....	7
3	ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА.....	8
3.1	Включение прибора.....	8
3.2	Подключение электродов.....	9
3.3	Выбор режима измерения «Микон-2».....	9
3.4	Градуировка.....	10
3.5	Проверка градуировки.....	13
3.6	Измерение концентрации нитратов.....	14
	Приложение А. Выдержки из раздела 1 «Методических указаний № 5048-89 по определению нитратов и нитритов в продукции растениеводства.....	18

1 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1 Комплект МИКОН-2 в составе: иономер «Эксперт-001» с блоком питания, штатив лабораторный для электродов, электрод ЭЛИТ-021 (NO₃), электрод сравнения ЭСр-10101 или с загущенным электролитом ЭВЛ-1МЗ.1 заг.

1.2 Весы АДВ-200 или другие лабораторные весы общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ГОСТ 24104-80.

1.3 Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50, 100 и 1000 мл, ГОСТ 1770-74.

1.4 Дозатор вместимостью 50 мл с погрешностью дозирования не более 1% или мерный цилиндр вместимостью 50 мл, ГОСТ 1770-74.

1.5 Пипетки вместимостью 1, 5, 10, 50 и 100 мл.

1.6 Стаканы лабораторные вместимостью 100, 200, 500 и 1000 мл.

1.7 Ступка фарфоровая с пестиком, ГОСТ 9146-80.

1.8 Капельница.

1.9 Встряхиватель или блок экстрагирования.

1.10 Мешалка лабораторная электромеханическая или магнитная.

1.11 Измельчитель тканей РТ-1 (РТ-2) или мезгообразователь МЛ-1 (возможная замена: пластмассовая терка, механическая или электромеханическая мясорубка, пищевой измельчитель), ножницы, нож.

1.12 Гомогенизатор с частотой вращения ножевой системы не менее 6000 мин⁻¹.

1.13 Соковыжималка с электрическим удалением выжимок или механическая соковыжималка.

1.14 Шпатель, стеклянные палочки.

1.15 Квасцы алюмокалиевые KAl(SO₄)₂·12H₂O (чда), ГОСТ 4329-77.

1.16 Калий хлористый (хч), ГОСТ 4234-77.

1.17 Калий азотнокислый (хч), ГОСТ 4217-77 или натрий азотнокислый (хч), ГОСТ 4168-79.

1.18 Калий марганцевокислый (хч), ГОСТ 20490-75.

1.19 Кислота серная (ч), ГОСТ 4204-77.

1.20 Перекись водорода, 33%-ный раствор.

1.21 Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

2 ПОДГОТОВКА К ИССЛЕДОВАНИЮ

2.1 Отбор проб

Отбор проб для анализа и подготовку их к исследованию проводят в соответствии с разделом 1 «Методических указаний №5048-89 по определению нитратов и нитритов в продукции растениеводства» (см. Приложение А).

2.2 Приготовление экстрагирующего раствора общего назначения (раствор алюмокалиевых квасцов с массовой долей 1%)

10,0 г алюмокалиевых квасцов взвешивают с точностью до первого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Изготовленный таким образом раствор используется при приготовлении всех последующих растворов, применяемых при градуировке и измерениях. По мере расходования производится приготовление новых порций раствора по описанной процедуре.

2.3 Приготовление специального экстрагирующего раствора

10,0 г алюмокалиевых квасцов взвешивают с точностью до первого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистиллированной воде. Затем 1,00 г марганцевокислого калия (точность взвешивания до второго десятичного знака) помещают в эту же колбу и добавляют 0,6 мл концентрированной серной кислоты. Полученную смесь взбалтывают до растворения всех ингредиентов и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Внимание: этот раствор используется только для экстракции нитратов из растений семейства крестоцветных (капуста, редис).

В качестве характеристики концентрации нитратов в градуировочных и измеряемых растворах вводится величина pC_{NO_3} , равная отрицательному десятичному логарифму концентрации нитратов в этих растворах.

2.4 Приготовление основного 0,1 моль/л раствора азотнокислого калия (натрия)

10,11 г азотнокислого калия (или 8,50 г азотнокислого натрия), высушенного при температуре 110-120°C до постоянной массы, взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в экстрагирующем растворе по п. 2.2 и доводят объем до метки тем же раствором.

Для этого раствора $pC_{NO_3} = 1$.

Все растворы, приготовленные по процедурам, описанным в п.п. 2.2-2.4 могут храниться в стеклянной посуде с притёртой пробкой не более года, при появлении помутнения или осадка их заменяют на свежеприготовленные.

2.5 Приготовление растворов сравнения (градуировочных растворов)

В день проведения анализов для градуировки прибора готовят растворы сравнения азотнокислого калия (натрия) из основного 0,1 моль/л раствора, используя для разбавления основной экстрагирующий раствор алюмокалиевых квасцов, приготовленный по п. 2.2.

2.5.1 Приготовление 0,01 моль/л раствора сравнения азотнокислого калия (натрия)

Основной раствор азотнокислого калия (натрия), приготовленный по п. 2.4, разбавляют в 10 раз экстрагирующим раствором, приготовленным по п. 2.2. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 мл отбирают пипеткой 10 мл основного раствора с $rC_{NO_3} = 1$, доводят до метки основным экстрагирующим раствором и перемешивают.

Для этого раствора $rC_{NO_3} = 2$.

2.5.2 Приготовление 0,001 моль/л раствора сравнения азотнокислого калия (натрия)

Приготовленный по п. 2.5.1 0,01 моль/л раствор сравнения разбавляют в 10 раз экстрагирующим раствором, приготовленным по п. 2.2. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 мл отбирают пипеткой 10 мл раствора сравнения с $rC_{NO_3} = 2$, доводят до метки основным экстрагирующим раствором и перемешивают.

Для этого раствора $rC_{NO_3} = 3$.

2.5.3 Приготовление 0,0001 моль/л раствора сравнения азотнокислого калия (натрия)

Приготовленный по п. 2.5.2 0,001 моль/л раствор сравнения разбавляют в 10 раз экстрагирующим раствором, приготовленным по п. 2.2. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 мл отбирают пипеткой 10 мл раствора сравнения с $rC_{NO_3} = 3$, доводят до метки основным экстрагирующим раствором и перемешивают.

Для этого раствора $rC_{NO_3} = 4$.

2.6 Подготовка электродов

2.6.1 Электрод сравнения ЭСр-10101

Из внешней камеры электрода сравнения следует удалить залитый туда на заводе 3,5 М раствор хлорида калия, промыть камеру дистиллированной водой и заполнить ее экстрагирующим раствором, приготовленным в соответствии с п. 2.2.

В процессе измерений и в промежутках между ними отверстие в корпусе электрода должно быть открыто для свободного истечения заполняющего камеру раствора. При длительных перерывах между измерениями (более пяти суток) камеру следует освободить от экстрагирующего раствора, промыть дистиллированной водой, вновь заполнить ее 3,5 М раствором хлорида калия и закрыть отверстие пробкой.

2.6.2 Электрод сравнения ЭВЛ-1М3.1 с загущенным электролитом

Электрод сравнения с загущенный электролитом ЭВЛ-1М3.1 заг. поставляется готовым к работе.

В перерывах между измерениями электрод следует хранить в насыщенном растворе хлорида калия.

2.6.3 Ионоселективный электрод ЭЛИТ-021

Нитратный ионоселективный электрод ЭЛИТ-021 готовят в соответствии с прилагаемой к электроду инструкцией.

В промежутках между измерениями ионоселективный электрод ЭЛИТ-21 погружают в раствор с $pC_{NO_3} = 4$. Если перерывы в работе составляют сутки и более, электрод хранят в 0,001 моль/л растворе азотнокислого калия (натрия). При длительных перерывах между измерениями (более пяти суток) электрод хранят на воздухе, а перед началом работы вымачивают в течение 1-2 часов в 0,01 моль/л растворе азотнокислого калия (натрия). В обоих случаях перед началом измерений электрод промывают в дистиллированной воде не менее двух раз.

2.7 Подготовка проб для анализа

Пробы (за исключением растений семейства крестоцветных), подготовленные в соответствии с «Методическими указаниями» (см. Приложение А), измельчают с помощью измельчителя тканей РТ-1 (РТ-2) (возможно применение для этих целей мезгообразователя МЛ-1, терки, механической или электрической мясорубки, пищевого измельчителя). Зеленые культуры режут ножницами или ножом до частиц размером 0,5 – 1,0 см или измельчают на мясорубке. 10,0 г измельченного материала взвешивают с точностью до второго десятичного знака, помещают в стакан гомогенизатора или измельчителя тканей РТ-1, добавляют 50 мл экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 2.2, и гомогенизируют в течение 1 мин при частоте вращения 6000 мин^{-1} .

При отсутствии гомогенизатора или измельчителя 10,0 г взвешенного до первого десятичного знака измельченного на терке, мясорубке или мезгообразователе материала помещают в стакан вместимостью около 100 мл, добавляют 50 мл экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 2.2 и перемешивают с помощью мешалки в течение трёх минут.

При анализе материала, содержащего твердые ткани, и отсутствии гомогенизатора пробу массой 10,0 г растирают в ступке с прокаленным песком или битым стеклом до однородной массы, помещают в стакан вместимостью

около 100 мл, добавляют 50 мл экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 2.2 и перемешивают с помощью мешалки в течение трёх минут.

При анализе растений семейства крестоцветных (капуста, редис) 10,0 г измельченного материала взвешивают с точностью до первого десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 100 мл, наливают 50 мл экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 2.3, перемешивают с помощью мешалки в течение трех минут. Затем при перемешивании добавляют по каплям (2-3 капли) 33%-ный раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора.

В суспензии, приготовленной одним из описанных выше способов, измеряют концентрацию нитрат-ионов.

Для растениеводческой продукции, кроме зеленых культур, с целью ускорения и снижения трудоемкости анализа возможно использование для анализа сока. Для получения сока пробы, приготовленные в соответствии с «Методическими указаниями № 5048-89», пропускают через электрическую или механическую соковыжималку. Полученный сок собирают в одну емкость и перемешивают.

При анализе всех культур, кроме растений семейства крестоцветных (капуста, редис), от полученного сока с помощью пипетки отбирают аликвотную часть объемом 10,0 мл, измеренным с точность до 0,1 мл, помещают ее в стакан вместимостью 100 мл, добавляют 50 мл экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 2.2, перемешивают и в полученном растворе измеряют концентрацию нитрат-ионов.

При анализе растений семейства крестоцветных (капуста, редис) в стакан вместимостью 100 мл помещают 10,0 мл сока, измеренного с точность до 0,1 мл, добавляют 50 мл экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 2.3 и перемешивают в течение трёх минут. Затем при перемешивании добавляют по каплям (2-3 капли) 33%-ный раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора, после чего измеряют концентрацию нитрат-ионов.

3 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1 Включение прибора

Включите анализатор нажатием и удержанием в течение двух секунд



ВКЛ

кнопки. Прибор подаст короткий звуковой сигнал и на дисплее появится заставка:



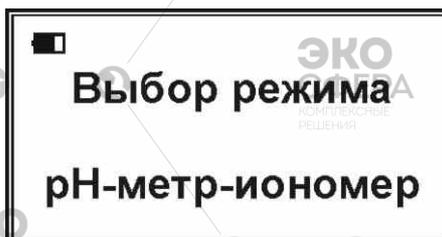
Примечание – При необходимости, подключите прибор к сети через поставляемый в комплекте блок питания.

На дисплее отобразятся логотип и наименование фирмы-изготовителя «Эконикс-Эксперт», наименование прибора «Эксперт-001» с указанием модификации и шифр версии программного обеспечения (например, «28S5V4.29-29.08.10»).

Примерно через 3...5 секунд на дисплее отобразится информация о степени заряда аккумулятора:



Далее на дисплее отобразится меню выбора режимов работы:



В левом верхнем углу дисплея отобразится символ состояния аккумулятора. В нижней строке отобразится название текущего режима «рН-метр-иономер».

3.2 Подключение электродов

Подключите нитратный электрод к разъему «ИЗМ», а электрод сравнения – к разъему «ВСП», установите электроды в штатив.

3.3 Выбор режима измерения «Микон-2»

Нажмите кнопку . На дисплее отобразится список дополнительных ионометрических режимов. Кнопками  и  выберите режим «МИКОН-2» и нажмите кнопку . На дисплее отобразится список анализируемых объектов:



Нажмите кнопку для выбора объекта «Растительная продукция». На дисплее отобразится следующая информация:



В верхней строке отобразится наименование определяемого параметра «Нитраты», во второй – наименование группы продуктов, в которой будут производиться измерения нитратов (выбирается из списка «Картофель» / «Капуста» / «Сок картофеля» / «Сок свёклы» / «Сок капусты» / «Сок огурцов» / «Соки по ГОСТ 29270-95» с помощью кнопок  и .

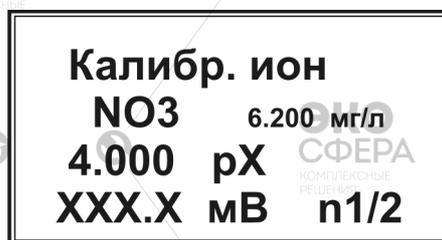
Ниже мелким шрифтом отобразится список доступных в данном режиме команд с указанием отвечающих им кнопок клавиатуры.

Примечание – Выбрав режим «МИКОН-2» можно нажатием кнопки «Ф1» сразу перейти к продукту, который анализировался перед последним выключением прибора (так называемый «быстрый старт»).

3.4 Градуировка



Для перехода в режим градуировки нажмите кнопку. На дисплее отобразится сообщение с параметрами первой градуировочной точки:



(вместо символов XXXX будет отображено значение ЭДС последней градуировки, хранящееся в памяти прибора, например «440.0» мВ)

Погрузите электроды в стакан с приготовленным по п. 2.5.3 раствором сравнения с $pC_{NO_3} = 4$ и энергичным вращательным движением стакана перемешайте раствор.

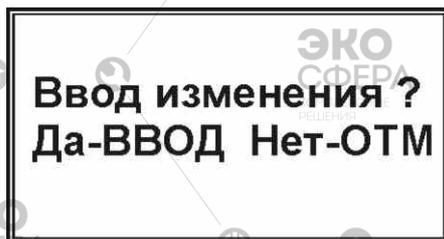


Нажмите кнопку **ИЗМ 4**. Начнётся измерение ЭДС и на дисплее отобразится надпись:

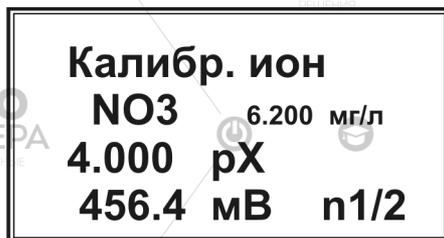


(вместо символов XXXX будет отображаться измеряемое значение ЭДС)

В верхней строке дисплея отобразятся надпись «Измерение», символ состояния заряда аккумулятора и показание таймера. После стабилизации значения ЭДС (скорость изменения не более 1 мВ/мин), нажмите кнопку **ВВОД**. На дисплее отобразится запрос:



Еще раз нажмите кнопку **ВВОД** для сохранения значения ЭДС. На дисплее отобразятся параметры первой градуировочной точки:



(значение 456.4 мВ приведено для примера, отобразится реально измеренное значение ЭДС)

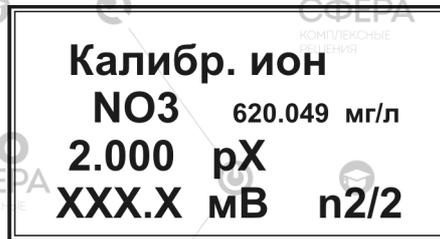
Градуировка по раствору сравнения $r_{C_{NO_3}} = 4$ завершена.

Извлеките электроды из первого раствора сравнения, промойте дистиллированной водой и осушите фильтрованной бумагой.

Погрузите электроды в стакан с приготовленным в соответствии с п. 2.5.1 раствором сравнения с $r_{C_{NO_3}} = 2$ и энергичным вращательным движением стакана перемешайте раствор.



Нажмите кнопку . На дисплее отобразится сообщение с параметрами второй градуировочной точки:



(вместо символов XXXX будет отображено значение ЭДС последней градуировки, хранящееся в памяти прибора, например «330.0»)



Нажмите кнопку . Начнется измерение ЭДС и на дисплее отобразится надпись:



(вместо символов XXXX будет отображаться измеряемое значение ЭДС)

В верхней строке дисплея отобразятся надпись «Измерение», символ состояния заряда аккумулятора и показание таймера. После стабилизации

значения ЭДС (скорость изменения не более 1 мВ/мин), нажмите кнопку . На дисплее отобразится запрос:



Еще раз нажмите кнопку для сохранения значения ЭДС. На дисплее отобразятся параметры второй градуировочной точки:

Калибр. ион
NO₃ 620.049 мг/л
2.000 рХ
344.2 мВ n2/2

(значение 344.2 мВ приведено для примера; отобразится реально измеренное значение ЭДС)

Градуировка по раствору сравнения рC_{NO₃} = 2 завершена.

ОТМ

После выполнения градуировки нажмите кнопку **ОТМ** для возврата в меню режима «Микон-2»:

Нитраты
Картофель

1,3-Выбор ОТМ-выход
4-Измерение
5-Градуировка

3.5 Проверка градуировки

Извлеките электроды из второго раствора сравнения с рC_{NO₃} = 2, дважды промойте дистиллированной водой и осторожно удалите фильтровальной бумагой капли воды с электродов.

Опустите электроды в стакан с приготовленным в соответствии с п. 2.5.2 раствор сравнения с рC_{NO₃} = 3 и энергичным вращательным движением стакана перемешайте раствор.

ИЗМ
4

Нажмите кнопку **ИЗМ 4**. На дисплее отобразятся результат измерения концентрации нитратов в единицах «мг/кг» и показание таймера. Нажмите

рХ
N 2

кнопку **рХ N 2** для просмотра результата измерения в единицах «рХ»:

Нитраты
Картофель

0:05
3.02 рХ

(значение 3.02 рХ приведено для примера; отобразится реально измеряемое значение рNO₃)

После стабилизации результатов измерения убедитесь, что измеренное значение находится в диапазоне от 2,95 до 3,05 рХ. В противном случае необходимо заново выполнить градуировку и повторить проверку.

Для возврата к просмотру результата измерения в единицах «мг/кг» повторно нажмите кнопку .

По окончании проверки градуировки нажмите кнопку  для возврата в меню режима «Микон-2»:



Извлеките электроды из раствора сравнения, дважды промойте их дистиллированной водой и осторожно удалите с них капли воды фильтровальной бумагой.

Градуировка завершена. Электроды и прибор готовы к измерениям.

3.6 Измерение концентрации нитратов

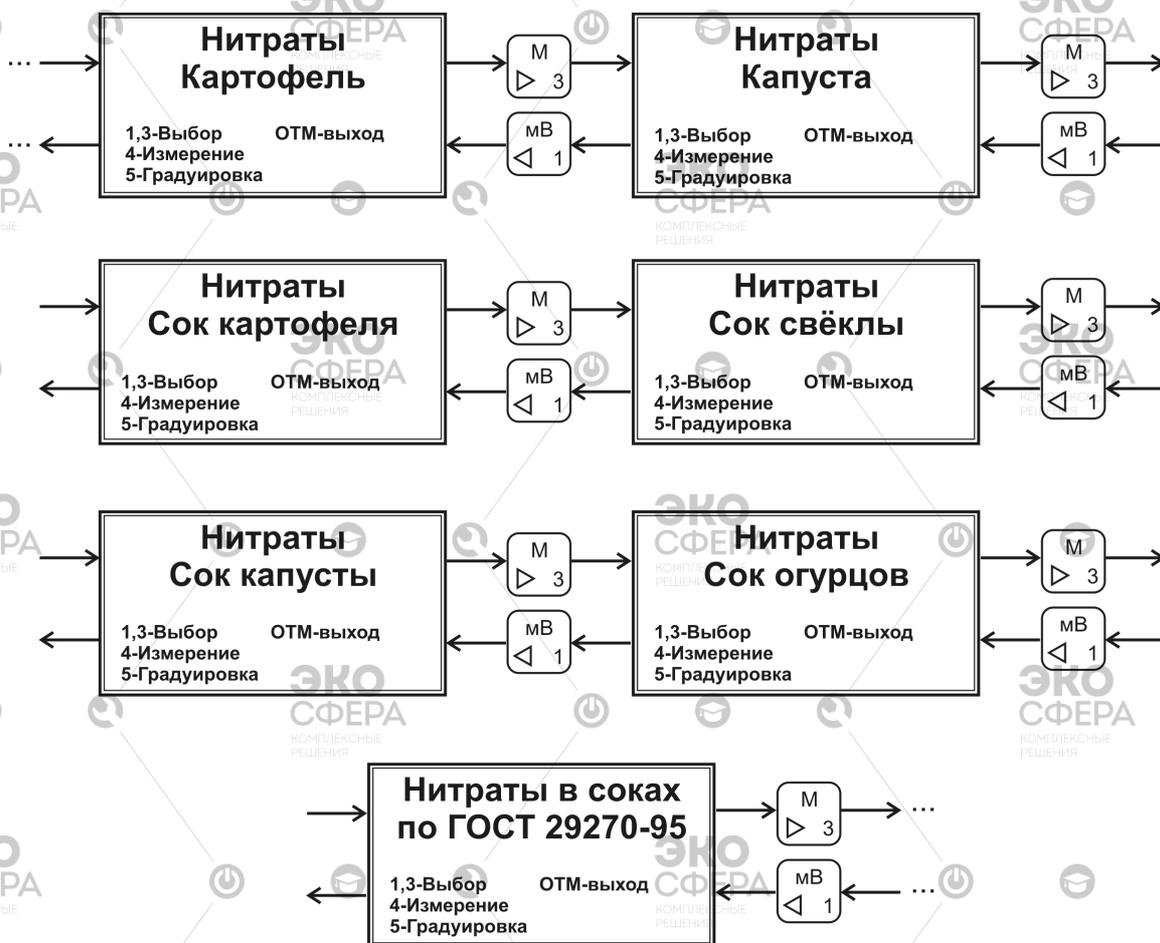
Поместите электроды в анализируемый раствор. Его температура не должна отличаться от температуры градуировочных растворов более чем на 2 °С. Убедитесь, что прибор переведён в режим «Микон-2» (при необходимости выберите режим «Микон-2» в соответствии с п. 3.3).

Кнопками  и  выберите наименование продукта, в котором будут производиться измерения нитратов:

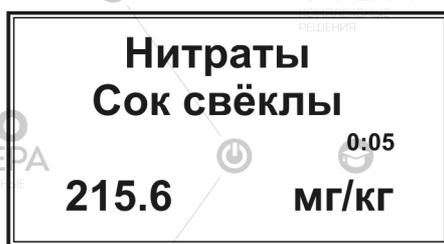
- «Картофель» (в этом же режиме исследуются столовая свёкла, лук-репка, виноград).
- «Капуста» (в этом же режиме исследуются морковь, томаты, огурцы, лук-перо, дыни, арбузы, тыквы, перец сладкий, кабачки, зеленые культуры, яблоки, груши).
- «Сок картофеля» (в этом же режиме исследуются сок лука-репки).
- «Сок свёклы» (в этом же режиме исследуются сок моркови).
- «Сок капусты» (в этом же режиме исследуются сок перца сладкого, винограда).
- «Сок огурцов» (в этом же режиме исследуются сок томатов, кабачков, дыни, арбузов, тыквы, яблок, груши).
- «Соки по ГОСТ 29270-95».

Эти растениеводческие продукты объединены в группы с учетом среднего содержания влаги.

Наименование продукта отображается на дисплее во второй строке:



Выбрав требуемый продукт, нажмите кнопку **ИЗМ 4**. Начнется измерение и отображение показания таймера и значения измеряемой концентрации нитрат-иона в анализируемой пробе в мг/кг. Например, при измерении концентрации нитратов в соке свёклы на дисплее отобразится следующая информация:



Показания прибора считывают после стабилизации значения концентрации нитратов. Как правило, для этого достаточно 30 сек.

На этом процесс измерений в данной пробе закончен.

Для измерения содержания нитратов в следующей пробе достаточно извлечь электроды из стаканчика, промыть их дистиллированной водой, осушить фильтровальной бумагой и опустить в стаканчик со следующей подготовленной для анализа пробой.

Если следующая проба соответствует установленной группе продуктов, то достаточно будет дождаться стабилизации показания и считать с дисплея данные измерения.

Если взят образец из другой группы продуктов, то нажмите кнопку ,

затем кнопками  и  выберите наименование нужной группы продуктов, нажмите кнопку  и, дождавшись стабилизации показания, считайте с дисплея данные измерения.

Для выхода из режима измерений достаточно нажать кнопку .

После окончания измерений выключите прибор, нажав кнопку .

При последующем включении прибора и выборе режима «Микон-2» на дисплее отобразится последняя выбранная группа продуктов.

Описанная процедура измерений, а также отбор и подготовка проб (Приложение А) касаются измерения концентрации нитратов в соответствии с «Методическими указаниями № 5048-89 по определению нитратов в продукции растениеводства» (утв. Минздравом СССР, 1989).

При измерении концентрации нитратов в соответствии с ГОСТ 29270-95 «Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов» последовательность действий при градуировке и измерениях точно такая же. При этом при измерении содержания нитратов в продуктах с содержанием сухих веществ ниже 20% (таблица А.1 ГОСТ 29270-95) в качестве продукта выбирается «Капуста», а при измерении содержания нитратов в продуктах с содержанием сухих веществ 20-25 % (таблица А.2) в качестве продукта выбирается «Картофель».

Для соков, напитков, коктейлей (таблица А.3) в перечне продуктов имеется пункт «Нитраты в соках по ГОСТ 29270-95», расположенный следом за пунктом «Сок огурцов». При выборе данного пункта результат измерений массовой концентрации нитратов отображается в единицах мг/дм³. Отбор и подготовку проб необходимо проводить в соответствии с разделом 3 ГОСТ 29270-95.

Допустимые уровни содержания нитратов в продуктах растительного происхождения представлены в таблице 1.

Таблица 1

Допустимые уровни содержания нитратов в продуктах растительного происхождения (Сан ПиН 42-123-4619-88 от 30 мая 1988 г.)

Пищевой продукт	Содержание нитратов, мг/кг	
	из открытого грунта	из защищенного грунта
Картофель	250	-
Капуста белокачанная	900	-
- ранняя (до 1 сентября)	500	-
- поздняя	500	-
Морковь	400	-
- ранняя (до 1 сентября)	250	-
- поздняя	250	-
Томаты	150	300
Огурцы	150	400
Свёкла столовая	1400	-
Лук репчатый	80	-
Лук-перо	600	800
Зеленые культуры (салаты, шпинат, щавель, капуста салатная, петрушка, сельдерей, кинза, укроп и т.п.)	3000	3000
Дыни	90	-
Арбузы	60	-
Перец сладкий	200	400
Кабачки	400	400
Тыква (при изготовлении консервов для питания детей)	200	-
Виноград столовых сортов	60	-
Яблоки	60	-
Груши	60	-

Приложение А (справочное)

Выдержки из раздела 1 «Методических указаний № 5048-89 по определению нитратов и нитритов в продукции растениеводства»

1 Отбор и подготовка проб для анализа

1.1 Общие требования к отбору проб

Пробы растительной продукции должны быть представительными и достоверно характеризовать качественный состав сельскохозяйственной продукции, включая содержание в них нитратов на полях в предуборочный период и в партиях растительной продукции при её реализации по назначению. В соответствии с этими задачами пробу следует отбирать либо в поле на заключительном этапе созревания культур («на корню»), либо из партий собранной растительной продукции, готовой к реализации.

Отбор растительных проб «на корню» проводят в утренние часы после схода росы до наступления жары (с 7 до 11 часов). Пробы нельзя отбирать во время дождя и полива или сразу же после них.

Для составления средней пробы используют метод прохода по диагонали с отбором точечных проб через равные расстояния. Для формирования смешанной пробы нельзя брать растения, имеющие площадь питания большую или меньшую по сравнению с остальными растениями (из крайних борозд, гряд, рядов, из гнезд с выпавшими растениями, а также из соседних с ними гнезд), отстающие в развитии или слишком мощные отдельные растения. При этом плоды должны быть без признаков заболевания, механических повреждений, без налипшей почвы.

Перед отбором проб растений для определения нитратов следует подготовить:

- чистые мешки или сетки для упаковки и перевозки отобранных проб корнеклубнеплодов, бахчевой продукции;
- ящики для овощной продукции;
- полиэтиленовые или целлофановые пакеты с упаковочными резинками для отбора смешанных проб, чтобы не допустить потери влаги.

Отобранные пробы сопровождаются этикеткой и актом отбора проб сельскохозяйственной продукции в 2-х экз. (приложение 1, 2).

1.2 Отбор проб с поля («на корню»)

1.2.1 Картофель

С участка площадью до 10 га по диагонали выкапывают без выбора не менее 20 кустов, расположенных через равные промежутки. Клубни отряхивают от земли и отделяют от столонов. Из каждого куста отбирают по одному среднему и крупному клубню.

1.2.2 Капуста белокочанная, краснокочанная и цветная

Отбирают не менее 10 типичных кочанов, равномерно расположенных по диагонали с каждого участка площадью 5 га. С кочанов снимают верхние кроющиеся листья.

1.2.3 Овощные корнеплоды

С участка площадью до 3 га по диагонали через равные промежутки отбирают не менее 20 корнеплодов столовой свёклы, моркови, петрушки, сельдерея, редьки, редиса.

1.2.4 Томаты, огурцы, баклажаны, перец сладкий.

Томаты в зонах товарного производства являются многосборовой культурой и пробы плодов для анализа отбирают по достижении ими съемной зрелости. В пробу должно войти не менее 20 типичных плодов, отобранных по диагонали с площади 3 га.

Методы отбора проб огурцов, баклажанов, перца аналогичны отбору проб томатов.

1.2.5 Лук репчатый

Отбор проб лука репчатого проводят, когда большая часть мелких луковиц уже созрела и имеет усыхающие листья, а крупные луковицы – частично неполегшие зеленые листья. Выкапывают не менее 20 луковиц с участка до 5 га равномерно по диагонали.

1.2.6 Кабачки, тыква, патиссоны

Отбор проб проводят по мере созревания плодов в период массового сбора. В среднюю пробу должно войти не менее 10 типичных плодов с растений, расположенных равномерно по диагонали поля с участка до 5 га.

1.2.7 Листовые (зеленые овощи – лук-перо, салат, шпинат, кориандр, петрушка, сельдерей, щавель, укроп и др.)

Отбор проб проводят по диагонали участка до 1 га на 20 точек массой не менее 0,5 кг через равные промежутки.

1.2.8 Овощные культуры защищённого грунта

Общее количество плодов в объединённой пробе должно быть для огурца короткоплодного – 35-40, для огурца длинноплодного – 20-25, для томата – 40-50, для перца – 60-80.

Общая масса объединённой пробы плодов должна составлять не менее 3 кг, для длинноплодного огурца не менее 10 кг.

Масса объединённой пробы листовых овощей должна быть не менее 1,5 кг.

В ангарных теплицах площадью 1000 м² при отборе проб теплицу визуально делят двумя диагоналями и отбор продукции проводят с растений, равномерно расположенных по диагонали, за исключением подлежащих выбраковке (с признаками сильных повреждений).

При количестве плодов в объединённой пробе – 40 штук по каждой диагонали отбирают с 10 растений по два плода (по 1 с каждого из двух верхних ярусов) и по 20 растений листовых овощей.

В блочной теплице площадью 10000 м² выбирают три полусекции (пробных площадок) площадью около 1000 м² в начале, середине и конце теплицы.

Общее число плодов (растений), которые необходимо отобрать с 10000 м² делят на три пробные площадки, с которых отбор проб производят, как для ангарных теплиц.

Для многосборовых культур (томаты, огурцы, перец) пробы отбираются из сформированных партий собранной продукции согласно п. 1.3.

1.2.9 Семечковые культуры (яблоки, груши)

Представительную пробу семечковых культур отбирают с участка площадью не более 2 га. С каждого четвёртого дерева, проходя по диагонали участка, снимают плодосъемником по три плода с южной и северной стороны дерева.

1.3 Отбор проб при приемке свежей плодоовощной продукции на торгово-заготовительных предприятиях

1.3.1 Сбор проб из открытых автотранспортных средств

Для оценки содержания нитратов в свежей плодоовощной продукции и картофеле, поставляемых на торгово-заготовительные предприятия в открытых автотранспортных средствах, отбор проб для химического анализа производится независимо от формы поставок (навалом, в мешках, в ящиках, в контейнерах и т.п.) непосредственно в транспортном средстве путем взятия 8 выборок по системе двойного конверта из верхнего и более глубоких слоев (например, из нижних ящиков или другой тары при открытии бортов кузова).

Каждая выборка продукции должна иметь массу около 0,5 кг. Если отдельные образцы имеют массу более 0,5 кг (например, кочаны капусты или крупные корнеплоды свёклы), то за выборку принимается отдельный ее экземпляр.

1.3.2 Отбор проб из вагонов, автофургонов и других транспортных средств

При поставке продукции в крытом железнодорожном вагоне, автофургоне или другом транспортном средстве, в котором нет свободного доступа к верхнему или другим слоям продукции, или в случае, когда оперативный возврат продукции невозможен, отбор пробы производится при разгрузке транспортного средства путем взятия выборок из разных мест, равномерно распределенных по всем объему партии продукции и удаленных друг от друга на равные расстояния. Независимо от массы партии продукции число выборок равно 12.

1.3.3 Отбор проб из баржи и другого водного транспорта

При поставке продукции водным транспортом допускается размещение в одном транспортном средстве (барже) нескольких партий при условии их раздельного размещения. В этом случае для химического анализа от каждой партии отбирается отдельная проба. Отбор пробы производится путем взятия 12 выборок из продукции, отобранной от одной партии для проверки её качества в соответствии с действующим ГОСТ. Если число единиц упаковки (ящики, поддоны, контейнеры) отобранной продукции больше 12, то выборки берутся из произвольно выбранных 12 единиц упаковки. Если число единиц упаковки меньше 12, то из каждой единицы упаковки отбирается по несколько

выборок. Места выборки из одной упаковки (например, из контейнера) должны быть равномерно рассредоточены по её объёму.

В случае возникновения разногласий между получателем и поставщиком отбор проб продукции проводят в соответствии с ГОСТ 1724-85, ГОСТ 1721-85, ГОСТ 26768-85, 26707-85, ГОСТ 1722-85, ГОСТ 26766-85, ГОСТ 7194-81, ГОСТ 26545-85, ГОСТ 1725-85, ГОСТ 1726-85, ГОСТ 1723-67, ГОСТ 7177-80, ГОСТ 7178-85, ГОСТ 7975-68, ГОСТ 13907-86, ГОСТ 13908-68, ГОСТ 7967-68, ГОСТ 7968-68, ГОСТ 7977-67, с последующим проведением анализа только стандартной части экспортируемой продукции. Пробы от стандартной части продукции отбирают методом конверта (по 0,5 кг из каждой точки отбора).

1.4 Подготовка проб для анализа

1.4.1 Картофель

Клубни моют водой, вытирают чистой тканью досуха и нарезают крестообразно вдоль оси «столон-ростовая часть» на 4 равные части. От каждого клубня берут четвертую часть, отобранный материал используют для анализа.

1.4.2 Свёкла и другие корнеплоды

Корнеплоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, срезают шейку и тонкий конец корня и нарезают крестообразно вдоль вертикальной оси на 4 равные части. Доли, представляющие четвертую часть от каждого корнеплода используют для анализа.

1.4.3 Капуста

Кочаны нарезают крестообразно вдоль вертикальной оси на 4 части или 8 равных частей и берут соответственно по 1/4 или 1/8 части от каждого кочана в пробу для анализа. При этом отбрасывают верхние несъедобные листья и остаток кочерыжки.

1.4.4 Луковичные растения

Отбрасывают несъедобные части. С луковиц удаляют чешуи, срезают и отбрасывают основания корня и сухую шейку. Плоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, удаляют плодоножки и нарезают крестообразно вдоль оси на 4 равные части. От каждого плода в пробу для анализа берут по 1/4 части.

1.4.5 Томаты, огурцы

Плоды нарезают вдоль оси на сегменты шириной 6-8 см по окружности плода и в пробу для анализа от каждого плода берут по 2-4 сегмента с противоположных сторон таким образом, чтобы в их число попали затемнённые и освещённые солнцем части. С отобранных частей плода снимают верхний слой, не употребляемый в пищу, удаляют семена.

1.4.6 Бахчевые культуры

Плоды нарезают вдоль оси на сегменты шириной 6-8 см по окружности плода и в пробу для анализа от каждого плода берут по 2-4 сегмента с противоположных сторон таким образом, чтобы в их число попали затемнённые и освещённые солнцем части. С отобранных частей плода снимают верхний слой, не употребляемый в пищу, удаляют семена.

1.4.7 Перец сладкий

Плоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, нарезают крестообразно вдоль оси на 4 равные части и берут в пробу для анализа по 1/4 части от каждого плода. При этом вырезают и отбрасывают семена и остаток плодоножки.

1.4.8 Зеленые овощи (салат, шпинат, капуста салатная, петрушка, щавель, сельдерей, кинза, укроп и т.д.)

Обрезают и отбрасывают несъедобные части растений. Растения моют водой и подсушивают сначала между листями фильтровальной бумаги, или слоями чистой ткани, а затем на воздухе.

1.4.9 Яблоки, груши

Плоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, нарезают крестообразно вдоль оси на 4 равные части и берут в пробу для анализа по 1/4 части от каждого плода. При этом вырезают и отбрасывают остаток семенного гнезда и плодоножку.

1.4.10 Виноград

Ягоды винограда отделяют от веток, моют водой и сушат на листе фильтровальной бумаги.

Примечание – Пробы п.п. 1.4.1. – 1.4.10. необходимо готовить в количестве не менее двух, так как в случае повышенного содержания нитратов может возникнуть необходимость повторения анализа.

Список методик измерений, представленных в комплекте «МИКОН –2».

Объект анализа	Определяемые ионы (отображаемый параметр)	Наименование нормативного документа, в соответствии с которым выполняется анализ
Грунты тепличные (объёмный метод разбавления 1:2 и весовой метод 1:5, 1:10)	K^+ , Ca^{2+} , NO_3^- , NH_4^+ , Cl^- , pH (калий, кальций, азот нитратный и аммонийный, хлорид, pH)	1 Методические Указания по определению основных агрохимических показателей тепличных грунтов. Госагропром СССР, ЦИНАО, 1986. 2 МКХА № 492-Х от 18.11.2003. Определение кальция в нефилтрованной водной вытяжке из почв и тепличных грунтов методом прямой потенциометрии. ВИМС. 3 ГОСТ 27753.6-88, ГОСТ 27753.7-88, ГОСТ 27753.11-88. Грунты тепличные. Методы определения водорастворимого калия, нитратного азота, хлорида.
Растительная продукция	NO_3^- (нитрат)	Методические Указания № 5048-89 по определению нитратов в продукции растениеводства, утв. Минздравом СССР, 1989.
Почвы	NO_3^- (нитрат)	ГОСТ 26951 – 86. Почвы. Определение нитратов ионометрическим методом.
Почвы	F^- (фторид)	Методические Указания по определению содержания подвижного фтора в почвах. Утв. МинСельХоз РФ от 26.01.93
Почвы	K^+ (K_2O)	1 ОСТ 10-271-2000. Почвы. Определение легкоподвижного калия с использованием кальций-хлор вытяжки. 2 Методические указания по определению подвижного калия в солянокислой вытяжке из почв ионометрическим методом, ЦИНАО 2001 (метод Кирсанова)
Вода	F^- (фторид)	ГОСТ 4386 – 89. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фтора
Мясные продукты, рассолы, посолочные смеси	NO_2^- (нитрит)	МВИ 001-101-00. Методика выполнения измерений концентрации нитрита в мясных продуктах, а также рассолах и посолочных смесях.
Корма, комбикорма	NO_3^- (нитрат)	ГОСТ 13496.19 – 93. Корма, комбикорма, комбикормовое сырьё. Методы определения нитратов.

ООО «ЭкоСфера»
Тел/5факс: (495) 150-40-12 ,
E-mail: info@ekosf.ru
web: www.ekosf.ru