МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 2962—
2016**

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕНЫЕ

Определение содержания общего фосфора. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции

(ISO 2962:2010, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 апреля 2016 г. № 87-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 июля 2016 г. № 875-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2962—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2962:2010 «Сыры и сыры плавленые. Определение содержания общего фосфора. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции» («Cheese and processed cheese products — Determination of total phosphorus content — Molecular absorption spectrometric method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ИСО/ТК 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

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

© ISO, 2010 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЫРЫ И СЫРЫ ПЛАВЛЕНЫЕ

Определение содержания общего фосфора. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции

Cheese and processed cheese products. Determination of total phosphorus content. Molecular absorption spectrometric method

Дата введения —2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический метод молекулярной абсорбции для определения содержания общего фосфора в сыре. Метод применим ко всем видам сыра и плавленого сыра.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **содержание общего фосфора в сыре и плавленом сыре** (total phosphorus content in cheese and processed cheese products): Массовая доля веществ, определенных по методу, установленному в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание общего фосфора выражают в виде массовой доли, %.

3 Сущность метода

Сыр подвергают минерализации под действием концентрированной серной кислоты и пероксида водорода.

При добавлении раствора молибдата натрия в аскорбиновой кислоте образуется молибденовый голубой. Измеряют величину молекулярного поглощения образовавшегося голубого раствора на спектрометре при длине волны 820 нм.

Примечание — Допускается использовать сухое озоление при условии, что методика дает результаты, сравнимые с результатами при мокрой минерализации.

4 Реактивы

Если не указано иначе, используют реактивы только признанного аналитического качества и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты, не содержащую соединений фосфора.

4.1 Концентрированная серная кислота (H_2SO_4), ρ_{20} = 1,84 г/см^3.

4.2 Пероксида водорода раствор, содержащий приблизительно 30 г H_2O_2 на 100 см^3.

4.3 Раствор молибдата в аскорбиновой кислоте.

4.3.1 Приготовление раствора молибдата натрия

12,5 г дигидрата молибдата натрия ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) растворяют в растворе серной кислоты молярной концентрацией 5 моль/дм^3, доводят до 500 см^3 этим же раствором серной кислоты и перемешивают.

Издание официальное

4.3.2 Приготовление раствора аскорбиновой кислоты

10 г аскорбиновой кислоты ($C_6H_8O_6$) растворяют в воде, доводят до 200 см^3 и перемешивают.

Данный раствор хранению не подлежит и его необходимо готовить непосредственно перед использованием.

4.3.3 Приготовление смешанного раствора

Непосредственно перед использованием 25 см^3 раствора молибдата натрия (см. 4.3.1) смешивают с 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (см. 4.3.2), доводят до 100 см^3 водой и перемешивают.

4.4 Приготовление основного раствора фосфора массовой концентрацией 100 мкг/см^3

Приблизительно 1 г дигидроортофосфата калия (KH_2PO_4) сушат в эксикаторе над эффективным осушителем (например, концентрированной серной кислотой) не менее 48 ч.

0,4394 г предварительно высушенного фосфата растворяют в воде, доводят объем до 1000 см^3 и перемешивают.

5 Оборудование и посуда

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Вся стеклянная посуда должна быть тщательно очищена детергентом, не содержащим соединений фосфора, и промыта водой.

При проведении испытания используют общепринятое лабораторное оборудование, в том числе перечисленное ниже.

5.1 Аналитические весы.

5.2 Устройство для измельчения или истирания сыра, которое можно легко очищать.

5.3 Баня водяная.

5.4 Колбы для минерализации (колбы Къельдаля или пробирки для минерализации) вместимостью 25 см^3.

5.5 Нагревательный прибор.

5.5.1 Газовые микрогорелки или электронагреватели для нагрева колб Кьельдаля.

5.5.2 Нагревательный блок для нагрева пробирок для минерализации.

5.6 Стеклянные шарики.

5.7 Мерные цилиндры вместимостью 5 и 25 см^3 по [5], класса А.

5.8 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 50 и 100 см^3 по [4], класс В.

5.9 Пипетки вместимостью 1, 2, 3, 5 и 10 см^3 по [1], класса В или по [3].

5.10 Спектрометр, пригодный для измерений на длине волны 820 нм, оснащенный кюветами с длиной оптического пути 10 мм.

6 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [2].

В лабораторию доставляют в полной мере представительную пробу, которая не должна быть подвергнута порче или модифицирована в процессе ее транспортирования или хранения.

7 Подготовка пробы для испытания

Снимают корку, покрытый слизью или плесенью поверхностный слой сыра так, чтобы получить представительную пробу сыра в таком виде, в котором сыр обычно потребляют. Измельчают или истирают пробу с помощью соответствующего устройства (см. 5.2). Быстро перемешивают измельченную или тертую массу и по возможности измельчают или истирают во второй раз и снова тщательно перемешивают. Если проба не может быть измельчена или истерта, тщательно перемешивают ее путем интенсивного перемешивания или замешивания.

Пробу для испытания переносят в герметичный контейнер для последующего анализа, который следует проводить как можно скорее после измельчения или истирания. Если задержка неизбежна, принимают все меры предосторожности для надлежащего хранения пробы и предотвращения конденсации влаги на внутренней поверхности контейнера.

После измельчения или истирания пробы устройство очищают.

8 Методика проведения испытания

8.1 Приготовление анализируемой пробы

0,5—1,0 г пробы для испытания взвешивают с точностью до 1 мг в колбе для минерализации (см. 5.4).

Если массовая доля влаги в сыре менее 50 %, то достаточна анализируемая проба массой приблизительно 0,5 г. В случае свежего сыра допускается отбирать анализируемую пробу массой приблизительно 1,0 г.

8.2 Определение

8.2.1 Добавляют три стеклянных шарика и 4 $см^3$ концентрированной серной кислоты (см. 4.1) в колбу для минерализации и нагревают в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу. Колба Кьельдаля должна располагаться в наклонном положении.

Регулируют высоту пламени так, чтобы ограничить образование пены в колбе. Допускается пенообразование в горле колбы, но не допускается выброс пены.

Смесь подвергают медленному кипению. Избегают местных перегревов и нагрева колбы выше уровня жидкости.

8.2.2 После прекращения пенообразования колбу охлаждают до комнатной температуры. Осторожно добавляют несколько капель раствора пероксида водорода (см. 4.2), снова нагревают колбу и повторяют эту процедуру до тех пор, пока содержимое не станет прозрачным и не обесцветится. Во время нагревания периодически перемешивают содержимое осторожными круговыми движениями. Избегают местных перегревов.

8.2.3 Ополаскивают горло колбы приблизительно 2 $см^3$ воды и снова нагревают содержимое до полного испарения воды.

Для уничтожения следов пероксида водорода кипятят жидкость в течение 30 мин после обесцвечивания. Избегают местных перегревов.

8.2.4 Колбу охлаждают до комнатной температуры. Количественно переносят содержимое в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 $см^3$ (см. 5.8). Доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

8.2.5 Отбирают пипеткой (см. 5.9) 1 $см^3$ раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 $см^3$ (см. 5.8) и разбавляют приблизительно 25 $см^3$ воды. Добавляют 20 $см^3$ раствора молибдата в аскорбиновой кислоте (см. 4.3.3). Доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают.

8.2.6 Нагревают колбу в кипящей водяной бане (см. 5.3) в течение 15 мин.

8.2.7 Колбу охлаждают до комнатной температуры в холодной водяной бане (см. 5.3). В пределах 1 ч измеряют оптическую плотность раствора относительно раствора контрольного опыта (см. 8.4) при длине волны 820 нм.

8.3 Построение градуировочного графика

8.3.1 Отбирают пипеткой (см. 5.9) 10 $см^3$ основного раствора фосфора (см. 4.4) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 $см^3$ (см. 5.8). Доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают.

8.3.2 Отбирают пипеткой в серию из пяти мерных колб с одной меткой вместимостью 50 $см^3$ (см. 5.8) 0, 1, 2, 3 и 5 $см^3$ разбавленного основного раствора (см. 8.3.1), что эквивалентно 0, 10, 20, 30 и 50 мкг фосфора соответственно. Разбавляют содержимое каждой колбы приблизительно до 20 $см^3$ водой.

8.3.3 Добавляют по 20 $см^3$ раствора молибдата в аскорбиновой кислоте (см. 4.3.3) к содержимому каждой колбы. Доводят объем до метки водой и хорошо перемешивают.

Продолжают, как указано в 8.2.6.

8.3.4 Колбы охлаждают до комнатной температуры в холодной воде. В течение не более 1 ч измеряют оптическую плотность каждого градуировочного раствора относительно воды в качестве раствора сравнения при длине волны 820 нм.

8.3.5 Строят график зависимости оптической плотности данных растворов от массы фосфора в мкг (см. 8.3.2).

8.4 Контрольный опыт

Выполняют контрольный опыт, следуя процедуре, указанной в 8.2, при этом анализируемая проба должна отсутствовать.

9 Обработка результатов

Массовую долю общего фосфора $w_{оф}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{оф} = \frac{m_1}{100\,m_0}, \quad (1)$$

где m_1 — масса фосфора, определенная по градуировочному графику (или рассчитанная по линии регрессии, полученной с применением метода наименьших квадратов), мкг;

m_0 — масса анализируемой пробы, г.

Результат регистрируют с точностью до второго десятичного знака.

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными на идентичном испытуемом материале одним аналитиком при использовании одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно превышать 0,03 % в среднем более чем один раз из 20 случаев при правильном применении метода.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных и независимых испытаний, полученными двумя аналитиками, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале, не должно превышать 0,06 % в среднем более чем один раз из 20 случаев при правильном применении метода.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, по меньшей мере, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод испытания вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все подробности проведения испытания, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могли бы повлиять на результат (результаты) испытания;

e) полученный(е) результат (результаты) испытания;

f) в случае проверки повторяемости, окончательный полученный зарегистрированный результат.

Библиография

[1] ISO 648 Laboratory glassware. Single-volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

[2] ISO 707|IDF 50 Milk and milk products. Guidance on sampling (Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

[3] ISO 835 Laboratory glassware. Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные градуированные пипетки)

[4] ISO 1042 Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

[5] ISO 4788, Laboratory glassware. Graduated measuring cylinders (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры)

УДК 637.3:006.354 МКС 67.100.30 IDT

Ключевые слова: сыры, плавленые сыры, определение содержания, общий фосфор, спектрометрический метод молекулярной абсорбции, минерализация, сухое озоление

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 24.08.2018. Подписано в печать 07.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru