ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 14673-1-2014

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания нитрата и нитрита

Часть 1

Метод с применением восстановления кадмием и спектрометрии

МАЛАКО І МАЛОЧНЫЯ ПРАДУКТЫ

Вызначэнне змяшчэння нітрату і нітрыту

Частка 1

Метад з прымяненнем аднаўлення кадміем і спектраметрыі

(ISO 14673-1:2004, IDT)

Издание официальное

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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 республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и техническим комитетом по стандартизации Республики Казахстан ТК 71 «Экологическая безопасность сырья, материалов, веществ и сооружений»

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45-2014 от 25 июня 2014 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14673-1:2004 Milk and milk products — Determination of nitrate and nitrite contents — Part 1: Method using cadmium reduction and spectrometry (Молоко и молочные продукты. Определение содержания нитрата и нитрита. Часть 1. Метод с применением восстановления кадмием и спектрометрии).

Международный стандарт ISO 14673-1:2004 подготовлен подкомитетом ПК 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной федерацией молочной продукции (IDF) в сотрудничестве с Международной организацией AOAC.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на европейские стандарты актуализированы.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 15 июля 2016 г. № 50 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 июля 2017 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение содержания нитрата и нитрита
Часть 1
Метод с применением восстановления кадмием и спектрометрии

МАЛАКО І МАЛОЧНЫЯ ПРАДУКТЫ
Вызначэнне змяшчэння нітрату і нітрыту
Частка 1
Метад з прымяненнем аднаўлення кадміем і спектраметрыі

Milk and milk products
Determination of nitrate and nitrite contents
Part 1
Method using cadmium reduction and spectrometry

Дата введения — 2017-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты и устанавливает спектрометрический метод определения содержания нитрата и нитрита с применением в качестве восстановителя кадмия.

Настоящий стандарт распространяется на следующие виды молочных продуктов:

- цельное, частично обезжиренное и обезжиренное сухое молоко;
- твердые, полутвердые и мягкие сыры;
- плавленый сыр;
- сыр из сыворотки, казеины и казеинаты, сухую сыворотку.

Настоящий метод может выполняться при помощи автоматического оборудования, в частности при помощи разделения потока (SFA) или анализом впрыска потока (FIA), что сокращает загрязнение кадмием рабочих мест и сточных вод.

Примечание 1 — Применение настоящего международного стандарта может распространяться на опасные материалы, технологию и оборудование. Настоящий стандарт не ставит цели охватить все задачи безопасности, связанные с его применением. Ответственность за безопасность и охрану труда и определение применимости регулятивных ограничений до начала его применения несет пользователь настоящего стандарта.

Примечание 2 — Настоящие методы описаны в ISO 14673-2 и ISO 14673-3 соответственно.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы:

ISO 565:1990 Test sieves; metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet; nominal sizes of openings (Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий)

ISO 648:2008 Laboratory glassware — Single-volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

ISO 835:2007 Laboratory glassware. Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные пипетки)

ISO 1042:1998 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **содержание нитрата:** Массовая доля нитрата, определенная по процедуре, установленной в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание нитрата выражается как масса в миллиграммах ионов нитратов (NO_3^-) на килограмм продукта.

3.2 **содержание нитрита:** Массовая доля нитрита, определенная по процедуре, установленной в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание нитрита выражается как масса в миллиграммах ионов нитритов (NO_2^-) на килограмм продукта.

4 Сущность метода

Навеска растворяется в теплой воде, с осаждением жира и протеинов, затем фильтруется. Ионы нитрата восстанавливаются до ионов нитрита при помощи покрытого медью (омедненного) кадмия.

Красный цвет проявляется в частях как невосстановленного фильтрата, так и восстановленного раствора путем добавления сульфаниламида и N-(1-нафтил) этилендиамин дигидрохлорида. Спектрометрические измерения выполняются при длине волны 538 нм.

Содержание нитрита в образце и общее содержание нитрита после восстановления ионов нитратов вычисляются посредством сравнения значения оптических плотностей и соответствующих им значений концентрации нитрита натрия в ряде калибровочных растворов. Содержание нитрата вычисляется между двумя параллельными результатами.

5 Реактивы

Применяются реактивы только признанного аналитического класса, если не установлено иное.

5.1 Вода дистиллированная или деионизированная либо вода эквивалентной чистоты, свободная от ионов нитратов и нитритов.

Во избежание возможного включения небольших газовых пузырей в колонке омедненного кадмия (см. 9.1.6) следует вскипятить дистиллированную или деионизированную воду и охладить до комнатной температуры. Приготовленную таким образом воду применяют для приготовления колонки (см. 9.1), для проверки восстановительной способности колонки (см. 9.2) и способности восстановления колонки (см. 9.3).

5.2 Гранулы кадмия диаметром от 0,3 до 0,8 мм.

Гранулы кадмия готовят следующим образом, если их нет в продаже.

Помещают соответствующее количество цинковых стержней в мензурку. Заливают стержни раствором сульфата кадмия (см. 5.3). Счищают налет кадмия со стержней время от времени в течение 24 ч. Удаляют цинковые стержни и декантируют жидкость до тех пор, пока не останется достаточное количество жидкости, покрывающей налет кадмия. Промывают налет два или три раза водой. Помещают налет кадмия в лабораторный блендер, добавляют 400 $см^3$ рабочего раствора соляной кислоты (см. 5.7) и перемешивают в течение нескольких секунд для получения гранул требуемого размера. Содержимое блендера переносят в мензурку и оставляют на несколько часов, изредка помешивая, чтобы удалить пузыри. Декантируют большую часть жидкости и сразу покрывают медным раствором гранулы по 9.1.

Примечание — Из-за токсичности использованный кадмий утилизируют и уничтожают в соответствии с санитарными правилами и законодательными документами.

5.3 Раствор сульфата кадмия, $C(CdSO_4 \cdot 8H_2O)$ = 40 $г/дм^3$.

Растворяют 40 г сульфата кадмия водой в мерной колбе на 1000 $дм^3$ по 6.4, раствор доводят до метки водой и перемешивают.

5.4 Раствор сульфата меди (II), $C(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ = 20 $г/дм^3$.

Растворяют 20 г сульфата меди (II) водой в мерной колбе вместимостью 1000 $дм^3$ по 6.4, раствор доводят до метки водой и перемешивают.

5.5 Соляная кислота (HCl), (ρ = 1,19 $г/см^3$).

5.6 Соляная кислота, C(HCl) = 2 $моль/дм^3$.

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ по 6.4, содержащую 700 $см^3$ воды, осторожно добавляют 160 $см^3$ соляной кислоты по 5.5, перемешивают содержимое. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

5.7 Рабочий раствор соляной кислоты, $C(HCl) = 0,1$ моль/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 по 6.4 переносят 50 см^3 соляной кислоты с концентрацией 2 моль/дм^3 по 5.6, раствор доводят до метки водой и перемешивают.

5.8 Раствор сульфата цинка, $C(ZnSO_4 \cdot 7H_2O) = 535$ г/дм^3.

53,5 г сульфата цинка растворяют водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3 по 6.4. Раствор доводят до метки водой и перемешивают.

5.9 Раствор гексацианоферрата (II) калия, $C(K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O) = 172$ г/дм^3.

17,2 г тригидрата гексацианоферрата (II) калия растворяют водой в мерной колбе на 100 см^3 по 6.4. Раствор доводят до метки водой и перемешивают.

5.10 Двунатриевый раствор дигидрата этилендиаминтетраацетата (ЭДТА) ($Na_2C_{10}H_{14}N_2O_8 \cdot 2H_2O$).

33,5 г ЭДТА разбавляют в 900 см^3 воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 по 6.4. Раствор доводят до метки водой и перемешивают.

5.11 Раствор I.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 по 6.4, содержащую небольшое количество воды, осторожно добавляют 450 см^3 соляной кислоты по 5.5, перемешивают содержимое. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до отметки водой и тщательно перемешивают.

5.12 Раствор II.

0,5 г сульфаниламида ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$) растворяют нагреванием на водяной бане (см. 6.15) в смеси из 75 см^3 воды и 5 см^3 соляной кислоты по 5.5 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 по 6.4. Охлаждают до комнатной температуры, доводят до отметки водой и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют.

5.13 Раствор III.

0,1 г N-(1-нафтил) этилендиамин дигидрохлорид ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \times 2HCl$) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 по 6.4. Доводят до метки водой и перемешивают. При необходимости полученный раствор фильтруют. Раствор может храниться в течение 1 недели в хорошо закупоренной темной бутылке в холодильнике.

5.14 Основной раствор нитрита натрия ($NaNO_2$).

Высушивают нитрит натрия в печи по 6.16 при температуре от 110°C до 120°C до постоянной массы или если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,001 г.

0,150 г нитрита натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 по 6.4. Доводят до метки водой и перемешивают.

5.15 Рабочий раствор нитрита натрия.

Готовят рабочий раствор нитрита натрия в день использования. Пипеткой по 6.5 отбирают 10 см^3 основного раствора по 5.14 и 20 см^3 буферного раствора по 5.19 в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 по 6.4. Доводят до метки водой и перемешивают. Содержание нитрита в рабочем растворе нитрита натрия — 1 мг/см^3.

5.16 Основной раствор нитрата калия (KNO_3).

Сушат нитрат калия в печи по 6.16 при температуре от 110 °C до 120 °C до постоянной массы или если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,001 г.

1,468 г нитрита натрия растворяют в воде в мерной колбе на 1000 см^3 по 6.4. Доводят до метки водой и перемешивают.

5.17 Рабочий раствор нитрата калия.

Готовят рабочий раствор нитрата калия в день использования. Пипеткой по 6.5 отбирают 5 см^3 основного раствора нитрата калия по 5.16 и 20 см^3 буферного раствора по 5.19 в мерную колбу на 1000 см^3 по 6.4. Доводят до метки водой и перемешивают. Содержание нитрита в рабочем растворе 4,50 мг/см^3.

5.18 Раствор аммиака (NH_3), ($\rho_{20} = 0,91$ г/см^3).

Если раствор аммиака указанной концентрации недоступен, может применяться эквивалентное количество более концентрированного раствора аммиака (например, 103 см^3 35%-ного (массовая доля) раствора аммиака ($\rho_{20} = 1,19$ г/см^3)).

5.19 Буферный раствор, pH 9,6–9,7.

Растворяют 50 см^3 соляной кислоты по 5.5 в 600 см^3 воды в конической колбе по 6.3 и перемешивают. Добавляют 135 см^3 раствора аммиака по 5.18 и 215 см^3 воды до 1000 см^3 и перемешивают. При необходимости регулируют pH от 9,6 до 9,7.

6 Оборудование и материалы

Стеклянную посуду тщательно моют и ополаскивают дистиллированной водой, чтобы удалить ионы нитратов и нитритов.

Используют следующее лабораторное оборудование:

6.1 Весы специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г.

6.2 Контейнер для образца, снабженный воздухонепроницаемой крышкой.

6.3 Конические колбы вместимостью 250; 500; 1000 $см^3$.

6.4 Мерные колбы номинальной вместимостью 100; 500; 1000 $см^3$ по ISO 1042, класс B.

6.5 Пипетки объемом 2; 5; 10; 20; 25 $см^3$ по ИСО 648, класс А, или по ISO 835-1. При необходимости вместо пипеток применяются бюретки.

6.6 Мерные цилиндры вместимостью 5; 10; 25; 100; 250; 500; 1000 $см^3$.

6.7 Стеклянные воронки диаметром 7 см с коротким стержнем.

6.8 Фильтровальная бумага среднего размера диаметром 15 см, без наличия ионов нитрата и нитрита.

6.9 Восстановительная колонка стеклянная, образец которой приведен на рисунке А.1 (приложение А).

6.10 Спектрометр, пригодный для измерения поглощающей способности при длине волны 538 нм, с кюветами с длиной оптического пути от 1 до 2 см.

6.11 Устройство для измельчения, при необходимости измельчения испытательного образца. Во избежание потерь влаги устройство не должно выделять большое количество тепла.

6.12 Лабораторный миксер или гомогенизатор со стеклянными контейнерами вместимостью 250 $см^3$ или 400 $см^3$, необходимые для взвешивания навески сыра и сыра из сыворотки.

6.13 Сито металлическое диаметром 200 мм, с номинальным размером отверстий 500 мкм по ISO 565.

6.14 Магнитная мешалка.

6.15 Водяная баня.

6.16 Печь с температурой от 110 °С до 120 °С.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый метод отбора проб — по [1].

Хранят испытательный образец, предотвращая ухудшения или изменения в составе.

8 Подготовка испытательного образца

8.1 Сухое молоко и сыворотка в порошке

Помещают испытательный образец в контейнер для образца по 6.2 объемом в два раза больше объема испытательного образца. Немедленно закрывают контейнер. Тщательно перемешивают испытательный образец, переворачивая контейнер, до получения однородного образца.

8.2 Казеины и казеинаты

8.2.1 При необходимости испытательный образец помещают в контейнер для образца по 6.2 соответствующего объема, тщательно перемешивают, переворачивая контейнер.

8.2.2 Помещают 50 г испытательного образца на сито по 6.13. Если 50 г образца проходят полностью через сито или почти полностью, пропускают весь испытательный образец по 8.2.1 через сито.

8.2.3 Если испытательный образец не проходит полностью через сито, применяют измельчительное устройство по 6.11. Весь отсортированный через сито испытательный образец сразу помещают в контейнер для образца по 6.2 и тщательно перемешивают в закрытом контейнере. Следует избегать потерь влаги.

8.2.4 После подготовки испытательного образца необходимо сразу начать подготовку образца к испытанию по 9.4.

8.3 Сыр

8.3.1 Предварительно, до проведения анализа, снимают корку или заплесневевший поверхностный слой испытательного образца.

8.3.2 Измельчают испытательный образец посредством соответствующего устройства по 6.11. Быстро перемешивают измельченную массу и по возможности, измельчают вторично и вновь тщательно перемешивают. После измельчения каждого образца устройство очищают. Если испытательный образец невозможно измельчить, его тщательно перемешивают, интенсивно взбалтывают и растирают.

8.3.3 После измельчения сразу проводят испытания и помещают испытательный образец в воздухонепроницаемый контейнер для образцов по 6.2. Если провести испытания сразу невозможно, принимаются меры предосторожности для обеспечения сохранности испытательного образца и избегают сбора влаги на внутренней поверхности контейнера.

8.3.4 При образовании корки или начале разложения измельченного сыра образец не исследуется.

8.4 Сыр из сыворотки

Готовят испытательный образец по 8.3.2.

9 Проведение испытания

9.1 Приготовление колонки с омедненным кадмием

9.1.1 Помещают гранулы кадмия по 5.2 в количестве от 40 до 60 г для каждой колонки в коническую колбу на 250 $см^3$ по 6.3. Добавляют такое количество рабочего раствора соляной кислоты по 5.7, чтобы кадмий находился под слоем раствора. Перемешивают несколько минут.

9.1.2 Декантируют раствор по 9.1.1. Промывают кадмий в конической колбе водой до очищения от ионов хлорида (до отрицательной реакции с нитратом серебра).

9.1.3 Гранулы кадмия покрывают медью путем добавления раствора сульфата меди (II) по 5.4 из расчета 2,5 $см^3$ раствора меди на 1 г кадмия. Перемешивают 1 мин.

9.1.4 Декантируют раствор по 9.1.3 и промывают омедненный кадмий водой; необходимо, чтобы кадмий постоянно был залит водой. Промывку продолжают до полного удаления осадка меди из промывочной воды.

9.1.5 Устанавливают пробку из стекловаты на дно стеклянной колонки по 6.9, предназначенной для содержания омедненного кадмия в соответствии с приложением А. Наполняют стеклянную колонку водой.

9.1.6 Перемещают омедненный кадмий в стеклянную колонку с минимальным воздействием воздуха. Высота слоя омедненного кадмия должна быть от 15 до 20 см. Избегают попадания воздушных пузырей между гранулами омедненного кадмия. Уровень жидкости не должен падать ниже верхнего уровня кадмия.

9.1.7 Кондиционируют новую колонку, пропуская через нее смесь из 750 $см^3$ воды, 225 $см^3$ рабочего раствора нитрата калия по 5.17, 20 $см^3$ раствора ЕДТА по 5.10, при скорости потока, не превышающей 6 $см^3$/мин. Далее промывают колонку водой объемом 50 $см^3$.

9.2 Проверка восстановительной способности колонки

9.2.1 Дважды в день проверяют восстановительную способность колонки: в начале и в конце серии определений.

9.2.2 Пипеткой отбирают 20 $см^3$ рабочего раствора нитрата калия по 5.17 в резервуар, на верхнюю часть колонки. Сразу добавляют 5 $см^3$ буферного раствора по 5.19 к содержимому резервуара. Пропускают содержимое резервуара через колонку со скоростью потока, не превышающей 6 $см^3$/мин. Собирают экстракт в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ по 6.4.

9.2.3 Когда резервуар восстановительной колонки пустой, промывают стенки резервуара 15 $см^3$ воды. Повторяют промывку еще 15 $см^3$ воды, после того как вся вода стекла. Когда вторая промывка поступила в колонку, наполняют резервуар водой полностью. Пропускают полное содержание резервуара через колонку при максимальной скорости потока. Собирают почти 100 $см^3$ экстракта.

9.2.4 Убирают мерную колбу на 100 $см^3$ по 9.2.3. Доводят содержимое до метки водой и хорошо перемешивают.

9.2.5 Пипеткой отбирают 10 $см^3$ элюата по 9.2.4 в другую мерную колбу на 10 $см^3$ по 6.4. Разбавляют элюат в 60 $см^3$ воды и перемешивают. Продолжают определение по 9.7–9.9.

9.2.6 Вычисляют восстановительную способность колонки в процентах (0,067 мг NO_2^- на миллиметр соответствует 100 % восстановительной способности) из содержания нитрита, полученного в 10.1 разбавленного элюата по 9.2.5 и определенного из калибровочной кривой по 9.9.4, если восстановительная способность менее чем 95 %, восстанавливают колонку, как указано в 9.3.

9.3 Восстановление колонки

9.3.1 Восстанавливают колонку в конце каждого рабочего дня или если проверка по 9.2 указывает на потерю результативности.

9.3.2 Добавляют 5 $см^3$ раствора ЕДТА по 5.10 и 2 $см^3$ рабочего раствора соляной кислоты по 5.7 в 100 $см^3$ воды и перемешивают. Пропускают полученный таким образом раствор через колонку при скорости потока 10 $см^3$/мин.

9.3.3 Когда резервуар пустой, колонку последовательно промывают водой, рабочим раствором соляной кислоты по 5.7 и вновь водой.

9.3.4 Если результативность колонки неудовлетворительная, процедуру, установленную по 9.1.7, повторяют.

9.4 Подготовка к испытанию

9.4.1 Сухое молоко

Взвешивают 10 г приготовленного испытательного образца с точностью до 0,001 г по 8.1, количественно переносят в мерную колбу на 500 $см^3$ по 6.3. Постепенно добавляют 136 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 50 °С–55 °С. Растворяют навеску, помешивая стеклянной палочкой или встряхиванием конической колбы.

9.4.2 Сыворотка сухая

Взвешивают 5 г приготовленного испытательного образца с точностью до 0,0001 г по 8.1, количественно переносят в мерную колбу на 500 $см^3$ по 6.3. Постепенно добавляют 136 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 50 °С–55 °С. Растворяют навеску, помешивая стеклянной палочкой или встряхиванием конической колбы. Накрывают коническую колбу алюминиевой фольгой или пробкой и помещают ее в водяную баню и поддерживают температуру в ней до 50 °С–60 °С.

9.4.3 Казеин

Взвешивают 10 г приготовленного испытательного образца с точностью до 0,001 г по 8.2, количественно переносят в мерную колбу на 500 $см^3$ по 6.3. Постепенно добавляют 136 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 50 °С–55 °С. Растворяют навеску, перемешивая стеклянной палочкой или с помощью магнитной мешалки.

9.4.4 Казеинат

Взвешивают 2 г приготовленного испытательного образца с точностью до 0,001 г по 8.2, количественно переносят в мерную колбу на 500 $см^3$ по 6.3. Постепенно добавляют 136 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 50 °С–55 °С, и 10 $см^3$ буферного раствора по 5.19. Растворяют навеску, перемешивая стеклянной палочкой или с помощью магнитной мешалки.

9.4.5 Сыр

Взвешивают 10 г приготовленного испытательного образца с точностью до 0,001 г по 8.3, количественно переносят в стеклянный контейнер лабораторного миксера или гомогенизатор по 6.12. Постепенно добавляют 144 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 50 °С–55 °С. Перемешивают навеску в миксере или гомогенизаторе по 6.12 до полного растворения навески.

9.4.6 Сыр из сыворотки

Взвешивают 5 г приготовленного испытательного образца с точностью до 0,001 г по 8.4, количественно переносят в стеклянный контейнер лабораторного миксера или гомогенизатор по 6.12. Постепенно добавляют 134 $см^3$ воды, предварительно нагретой до 50 °С–55 °С. Перемешивают навеску в миксере или гомогенизаторе по 6.12 до полного растворения навески.

9.5 Экстрагирование и депротеинизация

9.5.1 Сухое молоко, сухая сыворотка, казеин и казеинат, сыр из сыворотки

9.5.1.1 Добавляют в подготовленный к испытанию образец по 9.4.1, 9.4.2, 9.4.3, 9.4.4 и 9.4.6 в следующем порядке: 6 $см^3$ раствора сульфата цинка по 5.8, 6 $см^3$ раствора гексацианоферрата калия (II) по 5.9 и 40 $см^3$ буферного раствора по 5.19, тщательно перемешивая после добавления каждого раствора. Для получения чистого фильтрата смесь оставляют в стеклянном контейнере не менее чем на 15 мин, но не более чем на 1 ч. Затем пропускают через бумажный фильтр по 6.8, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ по 6.3, 9.5.1.2 и примечанию.

9.5.1.2 Необходимо получить чистый фильтрат в рамках установленного времени. Для этой цели возможно использование большего объема каждого осаждающего реактива по 5.8 и 5.9 (например, при анализе созревших сыров). Снижается объем предварительно нагретой воды соответственно для поддержания объема фильтрата на уровне 200 $см^3$.

Примечание — Общий объем фильтрата будет приблизительно равен 200 $см^3$. Настоящий объем допускается при расчете по 10.1 и 10.2.

9.5.2 Сыр

Добавляют в подготовленный к испытанию образец по 9.4.5 в следующем порядке: 6 $см^3$ раствора сульфата цинка по 5.8, 6 $см^3$ раствора гексацианоферрата калия (II) по 5.9 и 40 $см^3$ буферного раствора по 5.19, тщательно перемешивая после добавления каждого раствора. Для получения чистого фильтрата смесь оставляют в стеклянном контейнере не менее чем на 15 мин, но не более чем на 1 ч. Затем пропускают через бумажный фильтр по 6.8, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ по 6.3, 9.5.1.2 и примечанию.

9.6 Восстановление нитрата в нитрит

9.6.1 Пипеткой отбирают 20 $см^3$ фильтрата по 9.5.1 или 9.5.2 в резервуар на верхнюю часть приготовленной восстановительной колонки по 9.1. Добавляют 5 $см^3$ буферного раствора по 5.19 к содержимому резервуара. Перемешивают стеклянной палочкой. Пропускают содержимое резервуара через колонку при скорости потока, не превышающей 6 $см^3$/мин. Собирают элюат в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ по 6.4.

9.6.2 Когда резервуар восстановительной колонки пустой, промывают стенки резервуара 15 $см^3$ воды. Повторяют промывку еще 15 $см^3$ воды, после того как вся вода стекла. Когда вторая промывка поступила в колонку, полностью наполняют резервуар водой. Пропускают полное содержание резервуара через колонку при максимальной скорости потока. Собирают 100 $см^3$ элюата в мерную колбу на 100 $см^3$ по 6.4.

9.6.3 Убирают мерную колбу, доводят ее содержимое до метки водой и тщательно перемешивают.

9.7 Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят параллельно с определением, но заменяют испытательный образец равным объемом воды.

9.8 Определение

9.8.1 Пипеткой отмеряют равные объемы (например, 25 $см^3$) фильтрата, полученного по 9.5.1 или 9.5.2, и элюата по 9.6.3 в разные мерные колбы на 100 $см^3$ по 6.4. Добавляют в каждую колбу воды для получения объема 60 $см^3$ и перемешивают.

9.8.2 В раствор в колбах по 9.8.1 добавляют 6 $см^3$ раствора I по 5.11 и затем 5 $см^3$ раствора II по 5.12. Осторожно перемешивают растворы и оставляют колбы в защищенном от прямых солнечных лучей месте при комнатной температуре на 5 мин.

9.8.3 В раствор в колбах по 9.8.2 добавляют 6 $см^3$ раствора II по 5.13. Вновь осторожно перемешивают эти растворы и оставляют колбы в защищенном от прямых солнечных лучей месте при комнатной температуре на 5 мин. Доводят содержимое колб до метки водой и перемешивают.

9.8.4 В полученных растворах через 15 мин измеряют оптическую плотность по отношению к контрольному раствору по 9.5 при помощи спектрометра по 6.10 при длине волны 538 нм.

9.9 Приготовление калибровочной кривой

9.9.1 Отбирают пипеткой 0 (пустой); 2; 4; 6; 8; 12; 20 $см^3$ рабочего раствора нитрита натрия по 5.15 в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ по 6.4. В каждую колбу добавляют воды до получения объема 60 $см^3$.

9.9.2 Определение продолжают по 9.8.2 и 9.8.3.

9.9.3 С помощью спектрометра по 6.10 через 15 мин измеряют оптическую плотность рабочих растворов нитрита натрия по сравнению с контрольным раствором при длине волны 538 нм.

9.9.4 Строят график по полученным значениям оптических плотностей и соответствующих им значений концентраций нитрита натрия в мкг/мл, вычисленных из количеств добавленного рабочего раствора нитрита натрия по 9.9.1.

10 Вычисление и выражение результатов

10.1 Содержание нитрита

10.1.1 Вычисление содержания нитрита

Содержание ионов нитрита в образце ω_{N1}, мг/кг, вычисляют по формуле

$$\omega_{N1} = \frac{20000 \cdot c_1}{m \cdot V}, \quad (1)$$

где c_1 — значение концентрации ионов нитрита, определяемое по калибровочной кривой, соответствующей измеренному поглощению испытательного раствора по 9.8.4, мкг/см^3;

m — масса навески по 9.4, г;

V — объем аликвоты, отобранной из экстракта, по 9.8.1, см^3.

10.1.2 Выражение результатов

Результаты округляют до десятичного знака.

10.2 Содержание нитрата

10.2.1 Вычисление содержания нитрата

Содержание ионов нитрата в образце ω_{N2}, мг/кг, вычисляют по формуле

$$\omega_{N2} = 1{,}35 \cdot \left[\left(\frac{100000 \cdot c_2}{m \cdot V} \right) - \omega_{N1} \right], \quad (2)$$

где c_2 — значение концентрации ионов нитрита, определяемое по калибровочной кривой, соответствующей измеренному поглощению испытательного раствора, по 9.9.4, мкг/см^3;

m — масса навески по 9.4, г;

V — объем аликвоты, отобранной из экстракта, по 9.8.1, см^3.

10.2.2 Вычисление содержания нитрата с учетом восстановительной способности колонки

Если при расчете учитывается восстановительная способность колонки, то содержание нитрата, ω_{N2}, вычисляют по формуле

$$\omega_{N2} = 1{,}35 \cdot \left[\left(\frac{100000 c_2}{mV} \cdot \frac{100}{r} \right) - \omega_{N1} \right], \quad (3)$$

где r – числовое значение восстановительной способности колонки в конце серии определений.

10.2.3 Выражение результатов

Результаты выражают в целых числах.

11 Точность (прецизионность)

11.1 Общие положения

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости применяются к указанным диапазонам концентрации и матрицам при доверительной вероятности P = 0,95.

11.2 Повторяемость

11.2.1 Нитриты

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными при помощи одного метода на идентичном испытательном образце в одной лаборатории одним лаборантом при использовании одного оборудования за короткий промежуток времени, будет не более чем в 5 % случаев более 1 мг/кг продукта.

11.2.2 Нитраты

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными при использовании одного метода на идентичном испытательном образце в одной лаборатории одним лаборантом при использовании одного оборудования за короткий промежуток времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать:

- для сухого молока, сухой сыворотки, казеинов, казеинатов и сыра с содержанием нитратов менее 30 мг/кг — 3 мг/кг;

- для сухого молока, сухой сыворотки, казеинов, казеинатов и сыра с содержанием нитрата более или равным 30 мг/кг — 10 % среднего арифметического значения результатов;
- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата менее 30 мг/кг — 5 мг/кг;
- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата более или равным 30 мг/кг — 15 % среднего арифметического значения результатов.

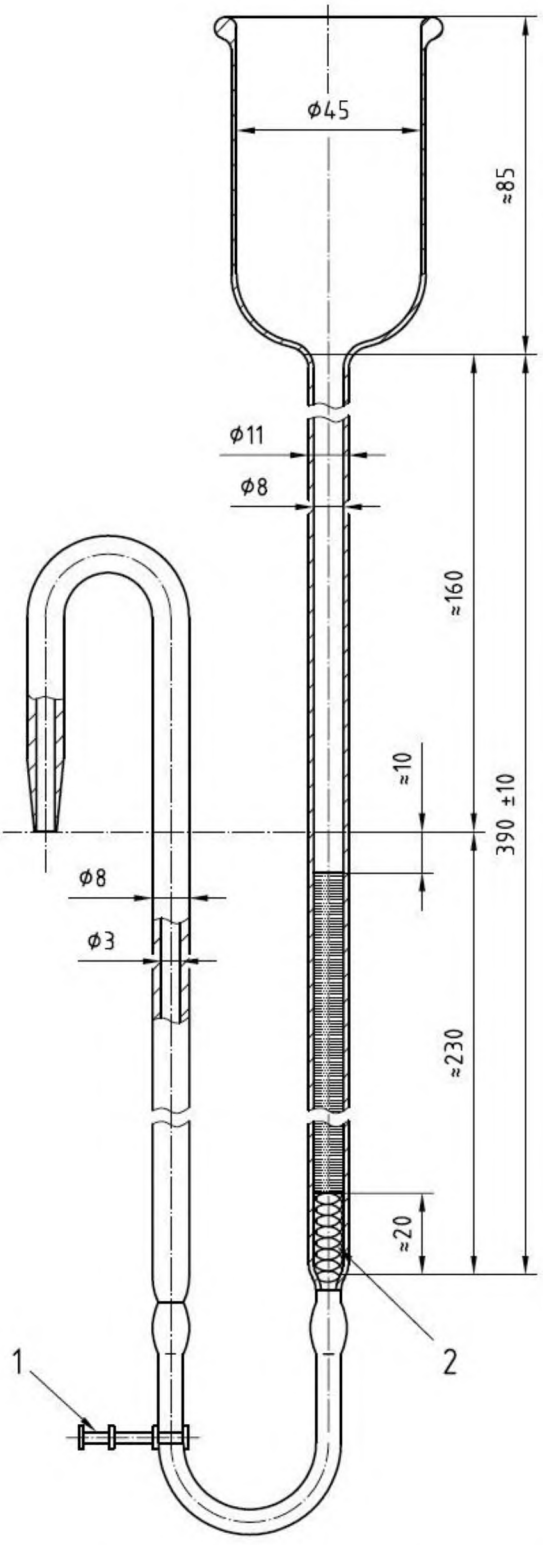
11.2.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными при использовании одного метода на идентичном испытательном образце в разных лабораториях разными лаборантами при использовании разного оборудования, будет не более чем в 5 % случаев превышать:
- для сухого молока с содержанием нитрата менее 30 мг/кг — 8 мг/кг;
- для сухого молока с содержанием нитрата более или равным 30 мг/кг — 25 % среднего арифметического значения результатов;
- для сухой сыворотки с содержанием нитрата менее 30 мг/кг — 5 мг/кг;
- для сухой сыворотки с содержанием нитрата более или равным 30 мг/кг — 15 % среднего арифметического значения результатов;
- для казеинов и казеинатов — 25 % среднего арифметического значения результатов;
- для сыра с содержанием нитрата менее 30 мг/кг — 6 мг/кг;
- для сыра с содержанием нитрата более или равным 30 мг/кг — 25 % среднего арифметического значения результатов;
- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата менее 30 мг/кг — 10 мг/кг;
- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата более или равным 30 мг/кг — 15 % среднего арифметического значения результатов.

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны содержаться следующие данные:
- информация, необходимая для идентификации образца;
- метод отбора проб, если известен;
- применяемый испытательный метод со ссылкой на настоящий стандарт;
- любые операции, не указанные в методе или считающиеся вспомогательными, которые могли повлиять на результаты;
- полученные результаты или, если проверялась воспроизводимость, конечные полученные результаты.

Приложение А
(обязательное)



1 — прикручивающаяся лампа, 2 — пробка из стекловаты

Рисунок А.1 — Аппарат для восстановления нитрата

Библиография

[1] ISO 707:2008 Milk and milk products — Guidance on sampling
(Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб)

УДК 637.1/.3:637.12.04/.07:006.35(083.74)(476) МКС 67.100.01 IDT

Ключевые слова: нитраты, нитриты, молочные продукты, омедненный кадмий

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 28.11.2016. Подписано в печать 12.12.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.-изд. л. 0,85 Тираж 2 экз. Заказ 2198

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru