ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания нитратов и нитритов
Часть 3
Метод определения посредством восстановления кадмием и анализа впрыскивания жидкости с поточным диализом (распространенный метод)

СТ РК ИСО 14673-3-2009

ISO 14637-3:2004 Milk and milk products – determination of nitrate and nitrite contents – part 3: method using cadmium reduction and flow injection analysis with in-line dialysis (routine method) (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским Государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и техническим комитетом по стандартизации № 44 «Технолог» (товарищество с ограниченной ответственностью «Эксперт-Консалтинг»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 17 августа 2009 года № 418-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14637-3:2004 Milk and milk products – determination of nitrate and nitrite contents – part 3: method using cadmium reduction and flow injection analysis with in-line dialysis (routine method) (Молоко и молочные продукты. Определение содержания нитратов и нитритов. Часть 3. Метод определения посредством восстановления кадмием и анализа впрыскивания жидкости с поточным диализом (Распространенный метод), с дополнительными требованиями, которые по тексту выделены курсивом

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании», Технического регламента «Требования к безопасности молока и молочной продукции»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2014 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячно информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликовано в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	3
4	Сущность метода	3
5	Реактивы	4
6	Аппаратура	5
7	Отбор образцов	7
8	Подготовка образца	7
9	Порядок проведения испытания	8
9.1	Проверка восстановительной способности колонки с кадмием	8
9.2	Восстоновление колонки кадмия	8
9.3	Рабочая часть	8
9.4	Экстракция	9
9.5	Определение содержания нитритов	9
9.6	Определение содержания нитратов	9
10	Обработка результатов	10
10.1	Содержание нитритов	10
10.2	Содержание нитратов	10
11	Точность	11
11.1	Общие положения	11
11.2	Содержание нитритов	11
11.3	Содержание нитратов	11
12	Оформление результатов испытаний	12
	Приложение А (обязательное)	12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания нитратов и нитритов
Часть 3
Метод определения посредством восстановления кадмием и анализа впрыскивания жидкости с поточным диализом (распространенный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания нитратов и нитритов в молоке и молочных продуктах с применением восстановления кадмием и анализа впрыска потока.

Настоящий стандарт распространяется на твердые, полутвердые и мягкие сыры различного сорта и плавленому сыру. Предел обнаружения метода 0,5 мг ионов нитрата на килограмм и 1,0 мг ионов нитрита на килограмм.

А также настоящий стандарт распространяется на сыворотку в порошке, молоко в порошке и на детское питание на основе молока.

ПРИМЕЧАНИЕ Для определения нитратов и нитритов, сопровождающих восстановление кадмием, применяется цветовая реакция в соответствии с *СТ РК ИСО 14673-1*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

Издание официальное

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации.

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

СТ РК ИСО 14673-1-2009 Молоко и молочные продукты. Определение содержания нитратов и нитритов. Часть 1. Метод определения посредством восстановления кадмием и спектрометрия.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-4-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-5-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 (СТ СЭВ 1247-78, СТ СЭВ 4021-83, СТ СЭВ 4977-85) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию.

ГОСТ 13928-84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 26809-86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации по состоянию на текущий год» и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный

документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Содержание нитрата:** Массовая доля нитрата, определенная по методу, установленным настоящим стандартом.

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

3.2 **Содержание нитрита:** Массовая доля нитрита, определенная по методу, установленным настоящим стандартом.

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

4 Сущность метода

4.1 Образец рассеивается в теплом экстракте буферного раствора. Жир отделяется центрифугированием и быстрым охлаждением. Проводятся анализы малых порций обезжиренного раствора анализом впрыска потока (FIA). Последовательный анализ применяется для удаления протеина и оставшегося жира. Ионы нитрата восстанавливаются в ионы нитрита кадмием. Ионы нитрита реагируют с сульфаниламидом и N-1 нафил этилендиамин дигидрохлоридом и выделяют азокраситель красного цвета. Цвет измеряется в проточной кювете (в хроматографе) при максимальном поглощении краски при 540 нм со ссылкой на измеренное поглощение при 620 нм.

4.2 Содержание нитритов и нитратов образца вычисляется со ссылкой на измеренные поглощения серии стандартных образцов растворов нитрита и нитрата, соответственно. Если содержание нитрита превышает 0,5 мг/кг, или превышает 10 % содержание нитрата, поправка содержания нитрата проводится вычитанием содержания нитрита из полученных результатов нитрата.

[1)] Акватек – Текатор является примером соответствующего продукта, доступного в продаже. Настоящая информация приводится для удобства пользователей в настоящем стандарте и не содержит одобрения настоящего продукта.

5 Реактивы

Применяются реактивы признанного аналитического класса, если не установлено иначе.

5.1 Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709* или деионизированная или вода эквивалентной чистоты, свободная от ионов нитратов и нитритов.

5.2 Восстановительная колонка с кадмием, например, Акватек-Текатор[1)].

5.3 Буферный раствор для экстрагирования или несущий раствор (С2).

Растворяют 26,6 г хлорида аммиака (NH_4Cl) в 800 см^3 воды в 1000 см^3 конической колбе. Добавив концентрированный аммиак, регулируют pH до 8,5. Растворяют до 1000 см^3 водой и смешивают.

5.4 Соляная кислота (HCl), (p_{20}= 1,19 г/см^3).

5.5 Реактивный раствор (R1).

Растворяют 5,0 г сульфаниламида ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$)в смеси 300 см^3 воды и 26 см^3 уксусной кислоты по 5.4 в 500 см^3 мерной колбе по.6.4. Растворяют до отметки с водой и смешивают.

5.6 Реактивный раствор (R2).

Растворяют 5,0 г N-1 нафил этилендиамин дигидрохлорида ($C_{10}H_7$ $NHCH_2CH_2NH_2{\cdot}2HCl$) в воде в 500 см^3 мерной колбе по 6.4. Растворяют до отметки с водой и смешивают.

Раствор сохраняется в течение недели в хорошо закупоренной коричневой бутылке в холодильнике.

5.7 Восстанавливающий раствор c(HCl)= 0,1 моль/дм^3.

Разбавляют 80 см^3 соляной кислот по 5.4 с водой до 1 и смешивают.

5.8 Основной раствор нитрата натрия $c(NO_3^-)$ = 1000 мг/дм^3.

Предварительно, перед применением, высушивают нитрат натрия ($NaNO_3$) до постоянной массы при температуре от 110° С до 120 °С. Растворяют 137,1 мг сухого нитрата натрия $NaNO_3$ в воде в 100 см^3 мерной колбе по 6.4. Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.9 Стандартные образцы растворов нитрата натрия.

Готовят стандартные образцы растворов нитрата натрия в день применения. Отбирают пипеткой 25, 50, 100, 150, и 250 мкг, основного раствора нитрата натрия по см. 5.8 в отдельные 50 см^3 мерные колбы по.6.4. Разбавляют до отметки с экстракцией буферного раствора (см. 5.3) для получения стандартного образца растворов нитрата натрия, соответствующих 0,50, 1,00, 2,00, 3,00, 5,00 мг/дм^3 ионов нитрата соответственно.

5.10 Основной раствор нитрита натрия $c(NO_2^-)$ = 1000 мг/дм^3.

Предварительно до применения, высушивают нитрит натрия ($NaNO_2$) до постоянной массы при температуре от 110 °С до 120 °С. Готовят основной

раствор нитрита натрия в день применения. Растворяют 150,0 мг сухого нитрита натрия $NaNO_2$ в воде в 100 см^3 мерной колбе по 6.4. Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.11 Рабочий раствор нитрита натрия $c(NO_2^-) = 50,0$ мг/дм^3.

Отмеряют пипеткой 5,00 см^3 основного раствора нитрита натрия по 5.10 в 100 см^3 мерную колбу. Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.12 Калибровочные растворы нитрита натрия.

Готовят калибровочные растворы нитрата натрия незадолго до применения. Отбирают пипеткой 25, 50, 100, 200 и 400 мкг, рабочего раствора нитрита натрия по 5.11 в отдельные 50 см^3 мерные колбы по 6.3. Разбавляют до отметки с экстракцией буферного раствора по 5.3 для получения калибровочных растворов нитрита натрия, соответствующих 0,25, 0,50, 0,100, 0,200, и 0,400 мг/дм^3 ионов нитрита соответственно. Хорошо размешивают.

5.13 Эталонный раствор нитрита натрия $c(NO_2^-) = 1,48$ мг/дм^3.

Пипеткой отбирают 1 480 см^3 рабочего раствора нитрита натрия по 5.11 в 50 см^3 мерную колбу по 6.4. Растворяют до отметки с экстракцией буферного раствора по 5.3 и размешивают. Готовят эталонный раствор нитрита натрия незадолго перед применением.

6 Аппаратура

6.1 Тщательно очищают стеклянную посуду и промывают дистиллированной водой, чтобы обеспечить отсутствие ионов нитрата и нитрита. *Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке средств измерений в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежат аттестации в соответствии с СТ РК 2.75.*

6.2 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 1 мг, с возможностью считывания 0,1 мг *по ГОСТ 24104.*

6.3 Контейнер для образца снабженный воздухонепроницаемой крышкой.

6.4 Мерные колбы номинальной вместимостью 50 см^3, 100 см^3 и 500 см^3, соответствующие требованиям *ГОСТ 1770, класса 2.*

6.5 Пипетки объемом в 25, 50, 100, 150, 200, 250, 400 и 1480 мкл (полуавтоматические пипетки).

6.6 Измельчающее устройство пригодное для измельчения лабораторной пробы, по необходимости.

Во избежание потери влаги, устройство не должно производить чрезмерного количества тепла. Молотковая мельница не применяется.

6.7 Лабораторный миксер или гомогенизатор (например Ультра-Тараксˆ2)), со стеклянными контейнерами вместимостью 250 см^3 или 400 см^3, пригодными для взвешивания рабочих частей сыра.

6.8 Настольная центрифуга, с центрифужными пробирками объемом 50 $см^3$ с ускорением 1500.

6.9 Анализ впрыска потока (FIA) (например текатор[2]) с анализатором Фиастар, с регулятором, модулем диализа, образцом, снабженным чашками для образца в 4 $см^3$, с установленным инструментом управления и оценочным программным обеспечением (см. рисунок 1), объемом выборки цикла в 200 мкл, двумя смешивающими спиралями длиной в 60 см и диаметром 0,7 мм, соединяющими пробирками и насосными пробирками (трубками), обеспечивающими скорость потока, приведенные в таблице 1. Другие анализаторы впрыска потока могут применять другие процедуры. Поэтому, следует строго выполнять инструкции изготовителя.

Таблица 1 - Скорость потока

В $см^3$ в минуту

Раствор	Скорость потока для нитрата	Скорость потока для нитрита
Образец/ смыв	2	2
Носитель С1 (вода)(5.1)	2	1,2
Носитель С2 (5.3)	2	1,2
Реактив R1 (5,5)	0,6	0,4
Реактив R2 (5,6)	0,6	0,4

6.10 Матричный спектрометр (например SKALAR[2)]),оборудованный фильтром подавления помех в 540 нм и фильтром подавления помех в 620 нм, проточной кюветой длины пути в 5 см и объемом 40 мкл.

6.11 Программные параметры анализа впрыска потока (FIA) для нитрита

6.11.1 Программные параметры:

- оценка - высота пика;
- калибровочное уравнение – линейное;
- количество стандартов (эталонов) – 5;
- время сбора/время цикла FIA образца - 120 с.

6.11.2 Временные параметры:

- интервал максимума пика – от 30 с до 50 с;
- максимум фильтрации сигнала - 2 с;
- интервал базового выявления – от 0 до10 с;
- период впрыска – от 0 до 60 с;
- промывание цикла образца – от 60 с до 80 с;
- наполнение цикла образца – от 80 с до 120 с.

[2)] Настоящая продукция является примером соответствующей продукции, доступной в продаже. Настоящая информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не содержит одобрения настоящей продукции.

6.11.3 Калибровочная проверка:
- допуск - ± 5 %;
- повтор (образцов) - 10 образцов;
- использованный эталон - 0,100 мг/дм³ NO_2^-.

6.12 Программные параметры анализа впрыска потока (FIA) для нитрата
6.12.1 Программные параметры:
- оценка - высота пика;
- калибровочное уравнение – линейное;
- количество стандартов – 5;
- время сбора/время цикла FIA образца - 60 с.

6.12.2 Временные параметры:
- интервал максимума пика – от 25с до 40 с;
- время фильтрации сигнала - 1 с;
- интервал базового выявления - от0 до 15 с;
- период впрыска – от 0 до 20 с;
- промывание цикла образца – от 20 с до 35 с;
- наполнение цикла образца – от 35 с до 60 с.

6.12.3 Калибровочная проверка:
- допуск - ± 5 %;
- повтор (образцов) - 10 образцов;
- использованный эталон - 2,00 мг/дм³ NO_3.

7 Отбор образцов

Отбор проб проводится в соответствии с *ГОСТ 3622, ГОСТ 13928, ГОСТ 26809*.

Отобранный образец без повреждения и изменения при транспортировке и хранении доставляется в испытательную лабораторию.

Образцы хранят так, чтобы предотвратить ухудшение или изменение его состава.

8 Подготовка образца

8.1 Сыр

8.1.1 Предварительно, до анализа, снимают корку или заплесневевший поверхностный слой образца.

8.1.2 Измельчают образец посредством соответствующего устройства (см. 6.6). Быстро размешивают измельченную массу и по возможности, измельчают вторично и вновь тщательно размешивают. После измельчения каждого образца очищают устройство. Если образец невозможно измельчить, тщательно размешивают его, интенсивно взбалтывая и растирая.

8.1.3 После измельчения, по возможности, перемещают испытательный образец в воздухонепроницаемый контейнер для образца (см. 6.3) в

ожидании определения, которое, желательно провести незамедлительно. Если задержка неизбежна, принимаются все меры предосторожности, для обеспечения соответствующей сохранности образца и во избежание сбора влаги на внутренней поверхности контейнера.

8.1.4 При нежелательном образовании корки или начале разложения измельченный сыр не исследуется.

9 Порядок проведения испытания

9.1 Проверка восстановительной способности колонки с кадмием

9.1.1 Проверяют восстановительную способность колонки кадмия в начале и в конце серии определений и, по меньшей мере, дважды в день.

9.1.2 Готовят систему FIA для работы в соответствии с 9.6.1.

9.1.3 Наполняют чашку эталонным раствором нитрита натрия по 5.13.

9.1.4 Наполняют другую чашку калибровочным раствором нитрата натрия по 5.9.

9.1.5 Анализируют калибровочный раствор нитрата натрия по 9.1.4 и эталонный раствор нитрита натрия по 9.1.3. Делят высоту пика, найденного для нитрата на высоту пика для нитрита и умножают на 100 для получения процента восстановительной способности колонки кадмия. Если восстановительная способность менее 95 %, восстанавливают колонку по 9.2.

9.2 Восстановление колонки кадмия

Восстанавливают колонку кадмием ежедневно после использования, или чаще, если проверка ее восстановительной способности по 9.1.5 указывает на потерю эффективности.

Отключают нагнетательные потоки для несущего раствора С2 по 5.3 и реактивов R1 по 5.5 и R2 по 5.6. Отвинчивают трубки у входа модуля диализа, соединяющего инжектор к модулю диализа. Пропускают воду по 5.1, использованную в качестве несущего раствора С1 через инжектор до наполнения системы. Соединяют колонку кадмия к выводу инжектора. Запускают насос вновь и делают три – пять впрысков в реактивный раствор R2 по 5.6, сопровождаемый стандартным раствором нитрата натрия по 5.8. Промывают колонку, пропуская несущий раствор С2 по 5.3.

9.3 Рабочая часть

9.3.1 Сыр и сухие молочные продукты

Взвешивают с точностью до 1 мг, 2,5 г пробы по 8.1.2 в 50 $см^3$ центрифужную пробирку по 6.8.

9.3.2 Жидкие молочные продукты

Взвешивают с точностью до 1 мг, 10 г испытательной пробы по 8.1.2 в 50 $см^3$ центрифужную пробирку.

9.4 Экстракция

9.4.1 Добавляют 24 $см^3$ экстракта буферного раствора по 5.3, предварительно нагретого до температуры от 50 °С до 55 °С, к рабочей части по 9.3 в 50 $см^3$ центрифужную пробирку. Размешивают гомогенизатором в течение, по меньшей мере, 3 минут до состояния хорошей взвеси рабочей части.

9.4.2 Центрифугируют испытательный раствор в пробирке по 9.4.1 при ускорении 1500 в течение 5 минут.

9.4.3 Помещают центрифужную пробирку в смесь из воды и льда на 15 минут для охлаждения испытательного раствора.

9.4.4 Пипеткой по 6.5 вытягивают обезжиренный испытательный раствор из-под нижнего слоя жира в центрифужной пробирке. Наполняют чашки FIA для определений нитрата и нитрита с полученным обезжиренным испытательным раствором.

9.5 Определение содержания нитритов

9.5.1 Устанавливают манифольд анализатора впрыска потока FIA в соответствии со схемой на рисунке А.1 приложения А. Применяют насосные трубки FIA по 6.9 для определения нитрита, не учитывая восстановительную колонку кадмия по 5.2. Соединяют бутыли с реактивными растворами R1 по 5.5 и R2 по 5.6 и несущим раствором С2 по 5.3. Запускают насос FIA для промывания системы в течение от 5 до 10 минут.

9.5.2 Нагружают анализатор программой FIA для нитритов по 6.11. Пропускают калибровочные растворы нитрита натрия по 5.12 для калибровки системы, сопровождаемой обезжиренным испытательным раствором по 9.4.4.

9.5.3 Проверяют калибровку в конце серии и после каждой группы из 10 испытательных растворов, при помощи анализа калибровочного раствора нитрита натрия 0,100 $мг/дм^3$ ионов нитрита по 5.12.

9.6 Определение содержания нитратов

9.6.1 Устанавливают манифольд анализатора впрыска потока FIA в соответствии со схемой на рисунке А.1 приложения А. Применяют насосные трубки FIA по 6.9 для определения нитрата, используя восстановительную колонку кадмия по 5.2. Соединяют бутыли с реактивными растворами R1 по. 5.5 и R2 по 5.6 и несущим раствором С2 по 5.3. Запускают насос FIA для заполнения системы жидкостью. Останавливают насосы и устанавливают восстановительную колонку кадмия по 5.2. Запускают насосы вновь для промывки системы в течение от 5 до 10 минут. Проверяют восстановительную способность колонки кадмия по 9.1.

9.6.2 Нагружают анализатор программой FIA для нитратов по 6.12. Пропускают калибровочные растворы нитрата натрия по5.9 для калибровки

системы, сопровождаемой обезжиренным испытательным раствором по 9.4.4.

9.6.3 Проверяют калибровку в конце серии и после каждой группы из 10 испытательных растворов, при помощи анализа калибровочного раствора нитрита натрия 2,00 мг/дм³ ионов нитрита по 5.9.

10 Обработка результатов

10.1 Содержание нитритов

10.1.1 Вычисление содержания нитритов.

Вычисляют содержание нитритов образца ω_{N1} по следующей формуле:

$$\omega_{N1} = \frac{25}{m} \times c_{N1}, \quad (1)$$

где ω_{N1} - содержание нитритов в образце, в миллиграммах ионов нитрита на килограмм;

c_{N1} - численное значение концентрации, считываемое из калибровочной кривой соответствующее измеренному значению испытательного раствора (см. 9.5.2), в микрограммах ионов нитрита на литр;

m - масса рабочей части по 9.3, г.

10.1.2 Выражение результатов

Выражают результаты до одного десятичного знака.

10.2 Содержание нитратов

10.2.1 Вычисление содержания нитрата.

Вычисляют содержание нитратов образца ω_{N2} по следующей формуле:

$$\omega_{N2} = \frac{25}{m} \times c_{N2}, \quad (2)$$

где ω_{N2} - содержание нитратов в пробе, в миллиграммах ионов нитрита на килограмм;

- C_{N2} - численное значение концентрации, считываемое из калибровочной кривой, соответствующее измеренному значению испытательного раствора по 9.6.2, в микрограммах ионов нитрата на литр;

- m - масса рабочей части по 9.3, г.

10.2.2 Вычисление поправленного содержания нитрата.

Вычисляют поправленное содержание нитрата образца, ω_{NC} по следующей формуле:

$$\omega_{NC} = \omega_{N2} - 1{,}35\,\omega_{N1}, \quad (4)$$

где ω_{NC} - содержание нитрата образца, поправленного на содержание нитрита, в миллиграммах ионов нитрата на килограмм.

10.2.3 Выражение результатов.

Выражают результаты до целых чисел.

11 Точность

11.1 Общие положения

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости выражаются на 95 % вероятного уровня и не могут применяться к диапазонам концентрации и матрицам, за исключением приведенных значений.

Точность метода была установлена межлабораторными испытаниями, проведенными согласно ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 5725-3, ГОСТ ИСО 5725-4, ГОСТ ИСО 5725-5, ГОСТ ИСО 5725-6.

11.2 Содержание нитритов

11.2.1 Повторяемость (сходимость).

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными при помощи одинакового метода на идентичном испытательном материале в одной лаборатории одним лаборантом при использовании одного оборудования за короткий промежуток времени, будет не более чем в 5% случаев превышать 0,5 мг/кг продукта.

11.2.2 Воспроизводимость.

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными при использовании одного метода на идентичном испытательном материале в различных лабораториях различными лаборантами при использовании различного оборудования, будет не более 5 % случаев превышать 1,0 мг/кг продукта.

11.3 Содержание нитратов

11.3.1 Сходимость.

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

- для проб с содержанием нитрата < 100 мг/кг: 10 мг/кг;
- для проб с содержанием нитрата ≥ 100 мг/кг: 15% арифметического среднего значения результатов;

11.3.2 Воспроизводимость.

Абсолютная разница между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными при использовании одного метода на идентичном испытательном материале в различных лабораториях

различными лаборантами при использовании различного оборудования, будет не более 5% случаев превышать:

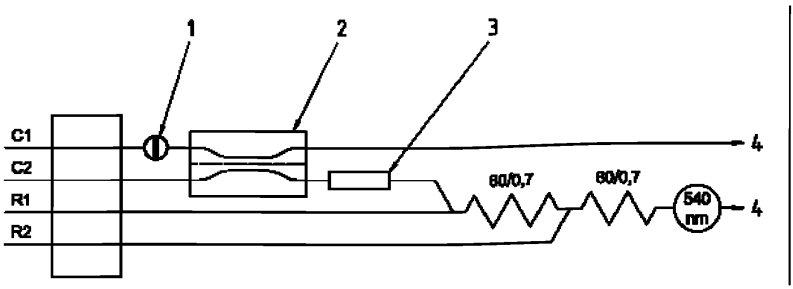
- для проб с содержанием нитрата < 100 мг/кг:	15 мг/кг;
- для проб с содержанием нитрата ≥ 100 мг/кг:	20 % арифметического среднего значения результатов;

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующее:

- информацию для полной идентификации образца;
- метод отбора проб, если известен;
- применяемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все детали или дополнительную информацию, не установленные настоящим стандартом;
- полученные результаты.

Приложение А
(обязательное)



1 - инжектор (200 мкл);
2 - ячейка диализа;
3 – восстановитель;
4 – отходы

Рисунок А.1 – Схематический вид манифольда нитрита/нитрата

УДК 637.1/.3:637.04/.07:546:542.816-021.144:066.354(574)
МКС 67.100

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, жидкие молочные продукты, вязкие молочные продукты, сухие молочные продукты, определение содержания жира, гравиметрический метод, метод по Вейбуллу-Бернтропу

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru