

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания нитратов и нитритов
Часть 2
Метод определения посредством анализа отдельных частей потока (Распространенный метод)

СТ РК ИСО 14673-2-2009

ISO 14673-2:2004 Milk and milk products – determination of nitrate and nitrite contents – part 2: method using segmented flow analysis (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 14637-2:2004 Milk and milk products – determination of nitrate and nitrite contents – part 2: method using segmented flow analysis (routine method) (ИСО 14673-2-2004 «Молоко и молочные продукты. Определение содержания нитратов и нитритов. Часть 2. Метод определения посредством анализа отдельных частей потока (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	2
4	Сущность метода	3
5	Реактивы	3
6	Аппаратура	6
7	Отбор проб	8
8	Подготовка проб	8
9	Порядок проведения контроля	9
10	Обработка результатов	12
11	Точность	13
12	Оформление результатов испытаний	14
Приложение А (обязательное)		15

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания нитратов и нитритов
Часть 2
Метод определения посредством анализа отдельных частей потока (распространенный метод)

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания нитрата и нитрита в молоке и молочных продуктах с применением разделения потока.

Настоящий стандарт распространяется на молоко, сыр, жидкие и сухие молочные продукты, и детское питание.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

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.

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.

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.

Издание официальное

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

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

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 Определение нитрата

Рабочая часть образца рассеивается в воде. Часть суспензии перемещается в анализатор для диализа. Ионы нитрата восстанавливаются в ионы нитрита. Содержание нитрита определяется спектрометрическим методом.

Стандартные растворы нитрата определяются одинаковой процедурой. Содержание нитрата вычисляется сравнением показателей, полученных из рабочей части с показателями стандартных растворов.

ПРИМЕЧАНИЕ Любое наличие нитрита определяется как нитрат. Количество нитрита, как правило, сравнивается с количеством нитрата. Детское питание, основанное на соевых протеинах, может быть исключением из правил. Поправка наличия нитрата может применяться после определения содержания нитрита.

4.2 Определение нитрита

Рабочая часть осаждается в растворе аммиака и хлорида натрия. Часть суспензии перемещается в анализатор для диализа. Содержание нитрита определяется спектрометрическим методом.

Стандартные растворы нитрита определяются одинаковой процедурой. Содержание нитрита вычисляется сравнением показателей, полученных из рабочей части с содержанием, полученных из стандартного раствора.

5 Реактивы

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

Во избежание возможного наличия небольших газовых пузырей в омедненной колонке кадмия (см. 9.1), следует прокипятить 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 регенерации колонки (см. 9.3).

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

Гранулы кадмия готовят следующим образом.

Помещают соответствующее количество цинковых стержней в мензурку. Заливают стержни раствором сульфата кадмия (см. 5.3). Счищают губку (пену) кадмия со стержней время от времени в течение 24 ч. Удаляют цинковые стержни и декантируют (сцеживают) жидкость до тех пор, пока не останется только достаточное количество жидкости, покрывающее пену (губку) кадмия. Промывают губку два или три раза водой. Перемещают губку кадмия в лабораторный блендер вместе с 400 $см^3$ соляной кислоты рабочего раствора (см. 5.6) и размешивают в течение нескольких секунд для получения гранул требуемого размера. Возвращают содержимое блендера в мензурку и оставляют на несколько часов, изредка помешивая, чтобы удалить пузыри. Декантируют большую часть жидкости и сразу покрывают медным раствором (омедняют) гранулы по описанию в п. 9.1.2.

5.3 Раствор сульфата кадмия $c(CdSO_48H_2O)$ равен 40 г/$дм^3$.

Растворяют 40 г раствора сульфата кадмия в воде в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.4 Раствор сульфата меди (II) $c(CuSO_45H_2O)$ равен 20 г/$дм^3$.

Растворяют 2 г сульфата меди (II) в воде в 100 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

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

5.6 Разбавляют соляную кислоту, с (HCl)≈1 моль/л.

Осторожно добавляют 80 $см^3$ соляной кислоты (см. 5.5) до почти 700 $см^3$ воды в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5) регулярно помешивая содержимое. Охлаждают содержимое до комнатной температуры. Разбавляют до отметки с водой и тщательно размешивают.

5.7 Двунатриевый раствор дигидрата этилендиаминтетрарауксусной кислоты (EDTA) ($Na_2C_{10}H_{14}N_2O_8{\cdot}2H_2O$).

Растворяют 33,5 мл EDTA в 900 $см^3$ воды в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5), разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.8 Раствор поли (оксиэтиленового эфира лаурилового спирта) 30 % массовой доли.

5.9 Хлористый раствор аммиака и натрия 1

Растворяют 40 г хлорида аммиака (NH_4Cl) и 200 г хлорида натрия (NaCl) в 950 г воды в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Концентрированный аммиак применяется для регулирования pH. Разбавляют до отметки с водой. Добавляют 2 $см^3$ раствора поли (оксиэтиленового эфира лаурилового спирта) (см. 5.8) и размешивают.

5.10 Хлористый раствор аммиака и натрия II.

Растворяют 10 г хлорида аммиака (NH_4Cl) и 50 г хлорида натрия (NaCl) в 950 г воды в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Добавляют 20 $см^3$ раствора EDTA (см. 5.7) и размешивают. Концентрированный аммиак применяется для регулирования pH до 8.5. Разбавляют до отметки с водой. Добавляют 2 $см^3$ раствора поли (оксиэтиленового эфира лаурилового спирта) (см. 5.8) и размешивают.

5.11 Хлористый раствор аммиака и натрия III.

Растворяют 10 г хлорида аммиака (NH_4Cl) и 50 г хлорида натрия (NaCl) в 950 г воды в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Концентрированный аммиак применяется для регулирования pH до 8.5. Разбавляют до отметки с водой. Добавляют 2 $см^3$ раствора поли (оксиэтиленового эфира лаурилового спирта) (5.8) и размешивают.

5.12 Раствор фосфорной кислоты (H_3PO_4), 85 %, (ρ_{20} = 1,71 $г/см^3$).

5.13 Цветовой реактив.

Добавляют 100 $см^3$ раствора фосфорной кислоты (см. 5.12) к 800 $см^3$ воды в 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Добавляют в следующем порядке: 10 г сульфаниламида ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$) и 0,5 г N-1 нафил этилендиамин дигидрохлорид ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$) и размешивают. Разбавляют до отметки с водой. Добавляют 0.5 $см^3$ раствора поли (оксиэтиленового эфира лаурилового спирта) (см. 5.8) и вновь размешивают.

Раствор может храниться в течение 1 месяца в холодильнике.

5.14 Основной раствор нитрата натрия ($NaNO_3$), $c(NO_3^-)$ равен 0,4000 $г/дм^3$.

Высушивают количество нитрата натрия в печи (см. 6.19) при температуре от 110 °C до 120 °C в течение 2 часов. Растворяют 0,548 г сухого нитрата натрия в воде в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.15 Рабочий раствор нитрата натрия $c(NO_3^-)$ равен 40 $мкг/см^3$.

Отмеряют пипеткой (см. 6.5), 10 $см^3$ основного раствора (см. 5.14) в 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.16 Калибровочные растворы нитрата натрия.

Готовят серию калибровочных растворов с возрастающей концентрацией нитрата, отбирая пипеткой в шесть 200 $см^3$ мерные колбы соответственно 1 $см^3$, 2 $см^3$, 3 $см^3$, 6 $см^3$, 9 $см^3$ и 12 $см^3$ рабочего раствора нитрата натрия (см. 5.15). Разбавляют каждый раствор до отметки с водой и смешивают. Содержание нитрата полученных калибровочных растворов нитрата натрия равны 0,2 $мкл/см^3$, 0,4 $мкл/см^3$, 0,6 $мкл/см^3$, 1,2 $мкл/см^3$, 1,8 $мкл/см^3$ и 2,4 $мкл/см^3$ соответственно.

5.17 Основной раствор нитрита натрия ($NaNO_2$).

Высушивают количество нитрита натрия в печи (см. 6.19) при температуре от 110 °C до 120 °C в течение 2 часов.

5.17.1 Основной раствор нитрита натрия 1, $c(NO_2^-)$ равен 0,297 $мг/см^3$.

Растворяют 0,445 г сухого нитрита натрия (см. 5.17) в воде в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают. Основной раствор 1 может храниться 1 день.

5.17.2 Основной раствор нитрита натрия II, $c(NO_2^-)$ равен 1,001 $мг/см^3$.

Растворяют 1,502 г нитрита натрия (см. 5.17) в воде в 1000 $см^3$ мерной колбе (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают. При хранении в холодильнике, основной раствор II может храниться 1 месяц.

5.18 Рабочие растворы нитрита натрия.

5.18.1 Рабочий раствор нитрита натрия 1, $c(NO_2^-)$ равен 0,89 мкл/$см^3$.

Отмеряют пипеткой (см. 6.6), 3 $см^3$ основного раствора нитрита натрия 1 (см. 5.17.1) в 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.18.2 Рабочий раствор нитрита натрия II, $c(NO_2^-)$ равен 0,1001 мкл/$см^3$.

Отмеряют пипеткой (см. 6.6), 10 $см^3$ основного раствора нитрита натрия II (см. 5.17.2) в 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают. Отмеряют пипеткой 10 $см^3$ этого раствора в другую 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Разбавляют до отметки с аммиаком и раствором хлорида натрия III (см. 5.11) и размешивают.

5.19 Калибровочные растворы нитрита натрия.

Готовят серию калибровочных растворов с возрастающей концентрацией нитрита, отбирая пипеткой в пять 200 $см^3$ мерные колбы соответственно 10 $см^3$, 20 $см^3$, 40 $см^3$, 100 $см^3$ и 200 $см^3$ рабочего раствора нитрита натрия II (см. 5.18.2). За исключением 200 $см^3$ раствора, разбавляют каждый раствор до отметки 200 $см^3$ с аммиаком и раствором хлорида натрия III (см. 5.11) и размешивают. Калибровочные растворы нитрита натрия имеют содержание нитрита (NO_2^-), равное 0,005 мкл/$см^3$, 0,010 мкл/$см^3$, 0,020 мкл/$см^3$, 0,050 мкл/$см^3$, и 0,100 мкл/$см^3$ соответственно.

5.20 Щелочное моющее средство.

Используют один из нижеприведенных растворов.

5.20.1 Внешний раствор (extran solution), с массовой долей 5 %.

Отмеряют пипеткой (см. 6.6), 50 $см^3$ внешнего раствора в 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.20.2 Раствор гидроксида натрия, $c(NaOH)$ равен 0,1 моль/ $дм^3$.

Растворяют 4 г гидроксида натрия (NaOH) в воде в 1000 $см^3$ мерную колбу (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают.

5.21 Регенерирующая жидкость.

Добавляют 50 $см^3$ раствора EDTA (см. 5.7) и 2,0 $см^3$ разбавленной соляной кислоты (см. 5.6) к 1 $дм^3$ воды (см. 5.1) и размешивают.

5.22 Эталонный испытательный образец

В качестве эталонной пробы применяют пробы молочного порошка с известным содержанием нитрата.

5.23 Индикаторная бумага pH.

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 Конические колбы, вместимостью 250 $см^3$ и 500 $см^3$.

6.5 Мерные колбы, номинальной вместимостью 100 $см^3$, 500 $см^3$ и 1000 $см^3$ по *ГОСТ 1770, класса 2.*

6.6 Пипетки, объемом в 1 $см^3$, 2 $см^3$, 3 $см^3$, 6 $см^3$, 9 $см^3$, 10 $см^3$, 12 $см^3$, 20 $см^3$, 40 $см^3$, 50 $см^3$ и 100 $см^3$ *по ГОСТ 29227.* При необходимости, вместо пипеток применяются бюретки.

6.7 Мерные цилиндры вместимостью 100 $см^3$ и 150 $см^3$.

6.8 Стеклянные мензурки вместимостью 100 $см^3$ и 150 $см^3$.

6.9 Стеклянные воронки с внутренним диаметром стержня около 2 мм.

6.10 Соответствующая трубка, U-образная, длиной 30 см и внутренним диаметром 2 мм.

6.11 Анализатор способный определять содержание нитрита и нитрата в соответствии с приведенной процедурой.

6.12 Аппарат для суспензии, соответствующий для взвешивания испытательных проб.

6.13 Измельчающее устройство, пригодное для измельчения лабораторной пробы, при необходимости.

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

6.14 Лабораторный миксер или гомогенизатор со стеклянными контейнерами вместимостью 250 $см^3$ или 400 $см^3$, пригодными для взвешивания рабочих частей сыра и сыра из сыворотки.

6.15 Стекловата.

6.16 Лопатка.

6.17 Магнитный смеситель.

6.18 Водяная баня, обеспечивающая температуру от 35 °С до 40 °С и кипятить воду.

6.19 Печь, обеспечивающая температуру от 110 °С до 120 °С.

6.20 Спектрометр с длиной волны 550 нм.

7 Отбор проб

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 проб

8.1 Сыр

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

8.1.2 Измельчают испытательный образец посредством соответствующего устройства (см. 6.13). 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 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 испытательного образца и во избежание сбора влаги на внутренней поверхности контейнера.

8.3.4 При образовании корки или начала разложения измельченный сыр испытаниям не подвергается.

8.2 Сухие молочные продукты и детское питание

Перемещают образец в контейнер (см. 6.3) вместимостью в два раза больше объема образца. Немедленно закрывают контейнер. Тщательно размешивают образец повторяющимися встряхиваниями, переворачивая контейнер до получения однородного образца.

8.3 Молоко и жидкие молочные продукты

В случае, если образец из необезжиренных молочных продуктов, регулируют температуру испытательной пробы при температуре от 35 °С до 40 °С на водяной бане (см. 6.20). Тщательно размешивают образец, повторно переворачивая бутылку с образцом, не допуская пенообразования или сбивания масла и быстро охлаждая до 20°С.

9 Порядок проведения контроля

9.1 Приготовление восстановительной колонки

9.1.1 Взвешивают 10 г гранул кадмия (см. 5.2) в стеклянной мензурке (см. 6.8). Добавляют около 25 $см^3$ разбавленной соляной кислоты (см. 5.6). Промывают гранулы кадмия, вращая в течение нескольких минут. Декантируют раствор соляной кислоты и постоянно промывают гранулы кадмия водой до тех пор, пока pH не станет нейтральным. Проверяют pH индикаторной бумагой (см. 5.2.3).

9.1.2 Помещают около 50 $см^3$ раствора сульфата меди (II) (см. 5.4) к промытым гранулам кадмия в стеклянной мензурке. Полученную смесь оставляют на 5 минут, постоянно вращая мензурку. Декантируют раствор сульфата меди и промывают гранулы кадмия 10 раз водой. Гранулы кадмия хранят погруженными в воде.

9.1.3 Стеклянные воронки (см. 6.9) соединяют с трубкой (см. 6.10), сложенной в U- образную форму и наполняют почти полностью водой. С помощью лопатки (см. 6.16) перемещают небольшие порции гранул кадмия через воронку в трубку. Следует постучать по трубке, чтобы набить колонку.

9.1.4 Когда колонка почти наполнена, помещают заглушки из стекловаты (см. 6.15) длиной около 1 см на оба конца трубки.

9.1.5 Перед применением, пропускают калибровочный раствор нитрата натрия (см. 5.16) с наивысшей концентрацией нитрата через колонку в течение 1 часа.

9.2 Проверка восстановительной способности колонки

С помощью анализатора (см. 6.11), последовательно измеряют поглощение двух чашек, содержащих калибровочный раствор нитрата натрия 1,2 мкг (NO_3^-) на миллиметр (см. 5.16), две чашки с водой и двумя чашками с рабочим раствором нитрита натрия 0,89 мкг (NO_2^-) на миллиметр (см. 5.18.1).

Коэффициент, r, среднего поглощения калибровочного раствора нитрата к среднему поглощению рабочего раствора нитрита натрия должен быть, по меньшей мере, 0,95.

При коэффициенте r, меньше 0,95 готовят новую колонку.

9.3 Определение содержания нитрата

9.3.1 Приготовление рабочей части.

9.3.1.1 Сыр.

Взвешивают с точностью до 5 мг, 2,5 г пробы (см. 8.1) в стеклянную мензурку (см. 6.8). Добавляют 50 $см^3$ воды при почти 50°C и взвешивают рабочую часть с помощью аппарата для суспензии (см. 6.12). Сразу охлаждают стеклянную мензурку с испытательным раствором. Наполняют чашку пробообменника с испытательным раствором так, чтобы отделенный жир остался в стеклянной мензурке.

9.3.1.2 Сухие молочные продукты и детское питание.

Взвешивают с точностью до 5 мг, 2,5 г пробы (см. 8.2) в стеклянную мензурку (см. 6.8). Добавляют 50 $см^3$ воды и взвешивают рабочую часть с помощью аппарата для суспензии (см. 6.12). Наполняют чашку пробообменника с испытательным раствором так, чтобы отделенный жир остался в стеклянной мензурке.

9.3.1.3 Жидкие молочные продукты.

Взвешивают с точностью до 10 мг, 10 г пробы (см. 8.3) в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ (см. 6.5). Разбавляют до отметки с водой и размешивают. Наполняют чашку пробообменника испытательным раствором.

9.3.2 Определение.

9.3.2.1 Запускают насос, спектрометр, записывающее устройство и оборудование для обработки данных анализатора (см. 6.11). Пропускают реактивы через анализатор как показано на рисунке А.1 в течение 15 минут.

9.3.2.2 Наполняют пробообменник анализатора в следующем порядке: запускают шесть чашек, наполненных калибровочным раствором нитрата натрия (см. 5.16), размещенных в порядке увеличения содержания нитрата, за которыми следуют чашки, наполненные рабочей частью (см. 9.3.1.1, 9.3.1.2 или 9.3.1.3).

9.3.2.3 Запускают пробообменник анализатора. Активируют оборудование для обработки данных в соответствии с руководством для применения. Когда определение завершено, удаляют восстановительную колонку (см. 9.1) из системы и промывают систему без колонки щелочным моющим средством (см. 5.20) по меньшей мере, в течение 15 минут, затем промывают водой, по меньшей мере, в течение 15 минут также.

9.3.2.4 Затем промывают восстановительную колонку восстанавливающей жидкостью (см. 5.21) со скоростью потока 2 $см^3$/минут в течение 15 минут, затем вновь промывают водой при той же скорости в течение 10 минут. Затем осторожно закрывают колонку.

9.3.3 Разбавление

Если содержание нитрата испытательного раствора выше содержания нитрата наивысшего калибровочного раствора нитрата натрия, повторяют анализ в дубликате, вновь приготовив два новых испытательных раствора в соответствии с 9.3.1.

Разбавляют новые испытательные растворы таким образом, чтобы ожидаемые результаты, приведенные записывающим устройством, были между вторым результатом калибровочного раствора нитрата натрия и наивысшим калибровочным раствором. Затем перемещают испытательный раствор, полученный таким образом в чашку.

9.3.4 Эталонный образец

Изучают эталонный образец (см. 5.22) по меньшей мере, в дубликате, в соответствии с 9.3.2.4.

9.4 Определение содержания нитрита

9.4.1 Приготовление рабочей части.

9.4.1.1 Сыр.

Взвешивают с точностью до 5 мг, 2,5 г пробы (см. 8.1) в стеклянной мензурке (см. 6.8). Добавляют 50 $см^3$ раствора III (см. 5.11) аммиака и хлорида натрия при 50 °С и взвешивают рабочую часть с помощью аппарата для суспензии (см. 6.12). Немедленно охлаждают стеклянную мензурку с испытательным раствором. Наполняют чашку пробобменника испытательным раствором таким образом, чтобы разделенный жир оставался в стеклянной мензурке.

9.4.1.2 Сухие молочные продукты и детское питание.

Взвешивают с точностью до 5 мг, 2,5 г образца (см. 8.2) в стеклянную мензурку (см. 6.8). Добавляют 50 $см^3$ раствораIII (см. 5.11) аммиака и хлорида натрия при температуре 50 °С и взвешивают рабочую часть с помощью аппарата для суспензии (см. 6.12). Наполняют чашку пробобменника испытательным раствором.

9.4.1.3 Молоко и жидкие молочные продукты.

Взвешивают с точностью до 10 мг, 10 г образца (см. 8.3) в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ (см. 6.5). Доводят до отметки с раствором III (см. 5.11) аммиака и хлорида натрия и размешивают. Наполняют чашку пробобменника испытательным раствором.

9.4.2 Определение.

9.4.2.1 Запускают насос, спектрометр, записывающее устройство и оборудование для обработки данных анализатора (см. 6.11). Пропускают реактивы через анализатор как показано на рисунке А.2 в течение 15 минут.

9.4.2.2 Наполняют пробообменник анализатора в следующем порядке: начинают с пяти трубок (пробирок), наполненных калибровочным раствором нитрита натрия (см. 5.19), размещенных в порядке увеличения содержания нитрита, за которыми следуют пробирки, наполненные испытательным раствором (см. 9.4.1.1, 9.4.1.2 или 9.4.1.3).

9.4.2.3 Запускают пробообменник анализатора. Активируют оборудование для обработки данных в соответствии с руководством для применения. Когда определение завершено, промывают систему щелочным моющим средством (см. 5.20) по меньшей мере, в течение 15 минут, затем промывают водой, по меньшей мере, в течение 15 минут, затем также водой, по меньшей мере, в течение 15 минут.

9.4.3 Разбавления.

Если содержание нитрита испытательного раствора выше содержания нитрита наивысшего калибровочного раствора нитрита натрия, повторяют анализ в дубликате, вновь приготовив два новых испытательных раствора в соответствии с 9.3.1.

Разбавляют новые испытательные растворы таким образом, чтобы ожидаемые результаты, приведенные записывающим устройством, были

между вторым результатом калибровочного раствора нитрита натрия и наивысшим калибровочным раствором. Затем перемещают полученный таким образом испытательный раствор в чашку.

9.4.4 Эталонный испытательный образец.

Изучают эталонный испытательный образец (см. 5.22), по меньшей мере, в дубликате, в соответствии с 9.4.2.1 - 9.4.2.3.

9.5 Калибровочная кривая

Вычисляют наиболее пригодную калибровочную кривую и поправочный коэффициент калибровочных растворов как нитрата натрия, так и нитрита натрия. Полученный поправочный коэффициент должен превышать 0,9985.

9.6 Проверка смещения калибровочных растворов

Регулярно проверяют смещение при помощи соответствующего калибровочного раствора по 9.2. Относительная разница между двумя последовательными растворами не должна превышать 10 %. Траектория смещения между наивысшими и самыми низкими результатами, полученными в один день не должна превышать 20 %. При превышении этих значений, проверяют причины и проводят анализ повторно.

10 Обработка результатов

10.1 Вычисление

Полученные результаты преобразуют при помощи записывающего устройства для испытательного раствора в микрограммы ионов нитрата или нитрита на миллилитр, считанной с калибровочной кривой.

Вычисляют содержание нитрата и нитрита образца при помощи одного из следующих уравнений:

- для сухих молочных продуктов по формуле 1:

$$\omega_n = \omega_t \times d \times f_d \qquad (1)$$

- для жидких молочных продуктов по формуле 2:

$$\omega_n = \omega_t \times 5 \times f_| \qquad (2)$$

- для сыра по формуле 3:

$$\omega_n = \omega_t \times 20{,}5 \times f_c \qquad (3)$$

где: ω_n - численное значение содержания нитрата и нитрита в пробе, в мг/кг;

ω_t - численное значение содержания нитрата и нитрита в пробе, считываемое из калибровочной кривой в мкг/см^3;

d - численное значение фактора разбавления;

f_d - множитель для сухого молока и детского питания, полученного из следующего вычисления: (f_d=20,6): $f_d = \frac{50 \times 1{,}03 \times 400}{1000}$;

$f_|$ - множитель для жидких молочных продуктов, полученных из следующего вычисления ($f_|$ =5): $f_| = \frac{50 \times 100}{1000}$;

f_c - множитель для сыра, полученного из следующего вычисления (f_c = 20,5): $f_c = \frac{50 \times 1{,}025 \times 400}{1000}$

где 50 - значение преобразования для изменения выражения из миллиграммов на миллилитр в миллиграммы на 50 см^3;

- 1,03 - коэффициент объема испытательного раствора (см. 9.3.1.2 или 9.4.1.2) (2,5 г + 50 см^3) и объема калибровочного раствора (50 см^3);

- 1,025 - поправочное значение содержания влаги сыра (среднее содержание влаги: 50 %);

- 400 - значение преобразования для изменения выражения из 2,5 г в 1 кг;

- 1000 - значение преобразования для изменения выражения из микрограммов в миллиграммы.

10.2 Выражение результатов

Результаты выражают для содержания нитрита до одного десятичного знака, для содержания нитрата - 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 должен быть 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 должен быть 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 одного метода на идентичном испытательном материале в одной лаборатории и одним лаборантом при использовании одного оборудования за короткий промежуток времени должна превышать не более чем в 5 % случаев:

- для проб с содержанием нитрата < 100 мг/кг: 10 мг/кг;
- для проб с содержанием нитрата ≥ 100 мг/кг: 15 % средне арифметического 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 должна превышать не более 5 % случаев:

- для проб с содержанием нитрата < 100 мг/кг: 15 мг/кг;
- для проб с содержанием нитрата ≥ 100 мг/кг: 20 % средне арифметического 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)

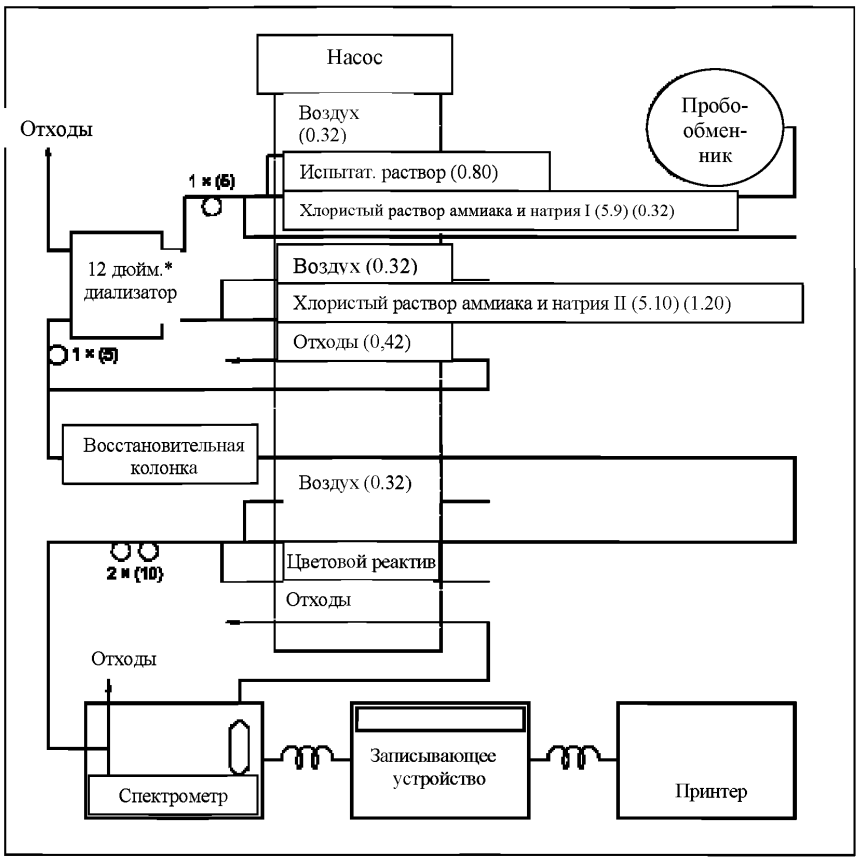

Рисунок А.1 - Схема потока для определения содержания нитрата

* В соответствии с Законом Республики Казахстан «Об обеспечении единства измерений» на территории Республики Казахстан к применению допускаются единицы величин Международной системы единиц, принятой Генеральной конференцией по мерам и весам и рекомендованной Международной организацией законодательной метрологии, в порядке установленном уполномоченным органом. По решению уполномоченного органа к применению могут быть допущены единицы величин, не входящие в Международную систему единиц.

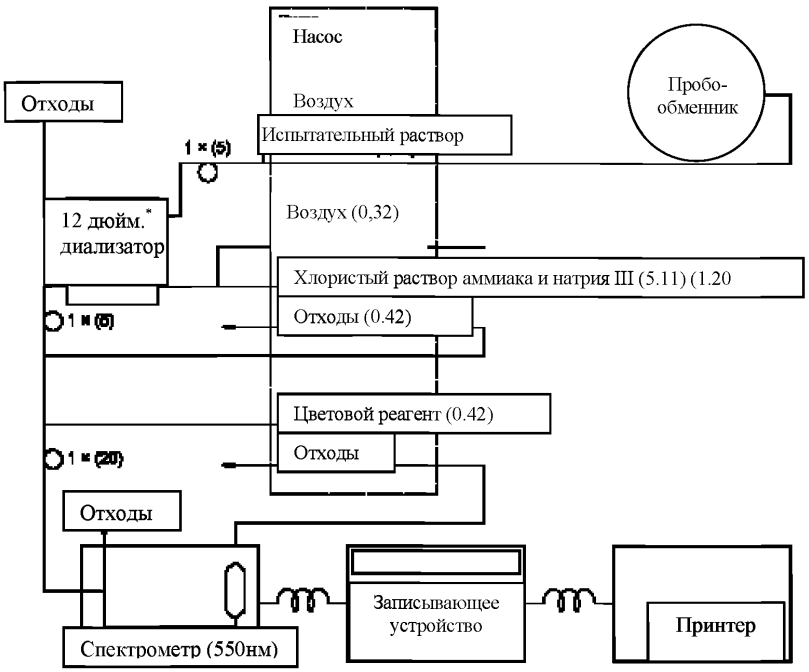

Рисунок А.2 - Схема потока для определения содержания нитрита

* В соответствии с Законом Республики Казахстан «Об обеспечении единства измерений» на территории Республики Казахстан к применению допускаются единицы величин Международной системы единиц, принятой Генеральной конференцией по мерам и весам и рекомендованной Международной организацией законодательной метрологии, в порядке установленном уполномоченным органом. По решению уполномоченного органа к применению могут быть допущены единицы величин, не входящие в Международную систему единиц.

УДК 637.1/.637.04/.07:546-021.144:006.354(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

Для заметок

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