ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Молоко и молочные продукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ
Часть 1

Метод определения посредством восстановления кадмием испектрометрия

СТ РК ИСО 14673-1-2009

ISO 14673-1:2004 Milk and milk products – Determination of nitrate and nitrite contents – Part 1: Method using cadmium reduction and spectrometry, (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 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), 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 «Государственный 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	6
7	Отбор образцов	7
8	Приготовление испытательного образца	7
9	Процедура	8
10	Обработка результатов	13
11	Точность	14
12	Оформление результатов испытаний	16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Молоко и молочные продукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ
Часть 1
Метод определения посредством восстановления кадмием испектрометрия

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания нитрата и нитрита в молоке и молочных продуктах посредством восстановления кадмием и спектрометрии. Настоящий метод применим к следующим видам молочных продуктов:

- цельному, частично обезжиренному и обезжиренному сухому молоку;
- твердому, полутвердому и мягкому сырам;
- плавленому сыру;
- сыру из сыворотки, казеинам и казеинатам, и к сухой сыворотке.

Настоящий метод может выполняться при помощи автоматического оборудования, в частности, при помощи разделения потока (SFA) или анализом впрыска потока (FIA) таким образом, сокращая загрязнение кадмием на лабораторных рабочих местах и отходах воды.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Настоящие методы приведены в СТ РК ИСО 14673-2 и СТ РК ИСО 14673-3 соответственно.

ПИМЕЧАНИЕ 2 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 установление безопасности и охраны труда и определение применимости регулятивных ограничений до начала его применения несет пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные 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.

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 14673-2-2009 Молоко и молочные продукты. Определение содержания нитратов и нитритов. Часть 2. Метод определения посредством анализа отдельных частей потока (распространенный метод).

СТ РК ИСО 14673-3-2009 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).

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

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 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

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

ИСО 565:1990 Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий.*

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 процедуре, приведенной 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, приведенной в настоящем стандарте.

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

4 Сущность метода

Рабочая часть образца рассеивается в теплой воде, с осаждением жира и протеинов, затем фильтруется. Ионы нитрата восстанавливаются до ионов нитрита в части фильтрата при помощи 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.

---

* *применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

Содержание нитрита в образце и общее содержание нитрита после восстановления ионов нитратов вычисляются посредством сравнения измеренных поглощений с их содержанием в ряде калибровочных растворов нитрита натрия. Содержание нитрата вычисляется из разницы между двумя содержаниями.

5 Реактивы

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

Во избежание возможного включения небольших газовых пузырей в омедненной колонке кадмия (см. 9.1.6), следует вскипятить дистиллированную или деионизированную воду и охладить до (20 ± 2) °С. Приготовленную таким образом воду применяют для приготовления омедненной колонки кадмия по 9.1, проверка восстановительной способности колонки по 9.2 и способность регенерировать колонку по 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). Периодически счищают кадмиевую губку (пену) со стержней в течение 24 часов. Удаляют цинковые стержни и декантируют (сцеживают) жидкость до тех пор, пока не останется достаточное количество жидкости, покрывающей кадмиевую губку. Промывают губку два или три раза водой. Перемещают губку кадмия в лабораторный блендер вместе с 400 мл соляной кислоты рабочего раствора (см. 5.7) 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. Сцеживают (декантируют) большую часть жидкости, и покрывают гранулы медным раствором (омедняют) согласно 9.1.

ПРИМЕЧАНИЕ Вследствие своей токсичности, использованный кадмий следует доставить в качестве химических отходов в соответствующие органы.

5.3 Раствор сульфата кадмия, $c(CdSO_4 \cdot 8H_2O) = 40$ г/дм³.

40 г раствора сульфата кадмия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.4 Раствор сульфата меди (II) $c(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = 20$ г/дм³.

20 г сульфата меди (II) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.5 Соляная кислота (HCl), ($\rho_{20} = 1{,}19$ г/см³).

5.6 Разбавленная соляная кислота $c(HCl) \approx 2$ моль/дм^3.

160 см³ соляной кислоты (см. 5.5) растворяют в воде объемом 700 см³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³ (см. 6.4) регулярно помешивая содержимое. Охлаждают содержимое до (20 ± 2) °С, разбавляют до метки водой и тщательно размешивают.

5.7 Рабочий раствор соляной кислоты, $c(HCl) \approx 0{,}1$ моль/л.

50 см³ разбавленной соляной кислоты (см. 5.6) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ (см. 6.4), доводят до метки водой и размешивают.

5.8 Раствор сульфата цинка, $c(ZnSO_4 \cdot 7H_2) = 535$ г/дм³

53,5 г сульфата цинка растворяют в воде мерной колбе вместимостью 100 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.9 Раствор гексацианоферрата (II) калия, $c(K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O) = 172$ г/дм³.

17,2 г тригидрата гексацианоферрата (II) калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

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

33,5 г EDTA растворяют в воде объемом 900 см³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.11 Раствор I

450 см³ соляной кислоты (см. 5.5) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.12 Раствор II

0,5 г сульфаниламида ($NH_2C_6H_4SO_2NH_2$) разбавляют со смесью воды объемом 75 см³ и соляной кислоты (см 5.5) объемом 5 см³ в мерной колбе (см. 6.4) вместимостью 100 см³ и нагревают на водяной бане (см. 6.15). Охлаждают до (20 ± 2) °С, доводят до метки водой и размешивают. Полученный раствор при необходимости фильтруют.

5.13 Раствор III

В мерной колбе вместимостью 100 см³ (см. 6.4) в воде растворяют 0,1 г N-1- нафил этилендиамин дигидрохлорид ($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$). Доводят объем до метки водой и размешивают. При необходимости полученный раствор фильтруют. Раствор может храниться в течение 1 недели в закупоренной бутылке из темного стекла в холодильнике.

5.14 Основной раствор нитрита натрия ($NaNO_2$).

Несколько граммов нитрита натрия сушат в печи (6.16) при температуре от 110 °С до 120 °С до постоянной массы (т.е. до тех пор пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 1 мг). 0,150 г нитрита натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.15 Рабочий раствор нитрита натрия

Рабочий раствор нитрита натрия готовят перед применением. Пипеткой (см. 6.5) отмеряют 10 см³ основного раствора (см. 5.14) и 20 см³ буферного раствора (см. 5.19), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят объем до метки водой и размешивают. Содержание нитрита в рабочем растворе нитрита натрия 1 мкг/см³.

5.16 Основной раствор нитрата калия (KNO_3)

Несколько граммов нитрата калия сушат в печи (см. 6.16) при температуре от 110 °С до 120 °С до постоянной массы (т.е. до тех пор пока разница между двумя последовательными взвешиваниями не превысит 1 мг). 1,468 г нитрата калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят до метки водой и размешивают.

5.17 Рабочий раствор нитрата калия

Рабочий раствор нитрата калия готовят перед применением. Пипеткой (см. 6.5) помещают 5 см³ основного раствора нитрата калия (см. 5.14) и 20 см³ буферного раствора (5.19) в мерную колбу вместимостью 1000 см³ (см. 6.4). Доводят метки водой и размешивают. Содержание нитрата в рабочем растворе нитрита калия 4,50 мкл/мл.

5.18 Раствор аммиака (NH_3), (ρ_{20} = 0,91 г/см³).

Если раствор аммиака вышеуказанной концентрации недоступен, допускается применение эквивалентного количества более концентрированного раствора аммиака по 5.19 [например, 103 см³ 35 % (массовая доля) раствора аммиака (ρ_{20} = 1,19 г/см³)].

5.19 Буферный раствор, pH от 9,6 до 9,7

50 см³ соляной кислоты растворяют (см. 5.5) в воде объемом 600 мл в конической колбе (см. 6.3) и размешивают. Добавляют 135 см³ раствора аммиака (см. 5.18) и разбавляют до объема 1000 см³ водой и размешивают. При необходимости регулируют pH между 9,6-9,7.

6 Аппаратура

Тщательно очищают стеклянную посуду и промывают дистиллированной водой, чтобы обеспечить отсутствие ионов нитрата и нитрита.

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

6.2 Контейнер для образца, снабженный воздухонепроницаемой крышкой.

6.3 Конические колбы, вместимостью 250; 500; 1000 см³ по *ГОСТ 1770*.

6.4 Мерные колбы, номинальной вместимостью 100; 500; 1000 см³, соответствующие требованиям *ГОСТ 1770*.

6.5 Пипетки, объемом 2; 4; 5; 6; 8; 10; 12; 25 мл соответствующие требованиям *ГОСТ 29169, ГОСТ 29227*. Допускается вместо пипеток применять бюретки.

6.6 Мерные цилиндры (мензурки), вместимостью 5; 10; 25; 100; 250; 500; 1000 см³ по *ГОСТ 1770*.

6.7 Стеклянные воронки диаметром 70 мм с коротким стержнем.

6.8 Фильтрованная бумага среднего размера диаметром 150 мм без наличия ионов нитрата и нитрита.

6.9 Восстановительная колонка из стекла, образец которой приведен на Рисунке 1.

6.10 Спектрометр, соответствующий для измерительного поглощения при длине волны 538 нм, с ячейками оптической длины пути от 10 до 20 мм.

6.11 Устройство для измельчения, подходящее для измельчения испытательного образца. Во избежание потерь влаги, устройство не должно производить чрезмерное количество тепла. Молоток не применяется.

6.12 Лабораторный миксер или гомогенизатор, со стеклянными контейнерами вместимостью 250 см³ или 400 см³ соответствующей для взвешивания рабочих частей сыра и сыра из сыворотки.

6.13 Испытательное сито, изготовленное из металлической ткани, диаметром 200 мм, с номинальным размером отверстий 500 мкм по ИСО 565.

6.14 Магнитный смеситель.

6.15 Водяная баня.

6.16 Печь поддерживающая температуру от 110 °С до 120 °С.

6.17 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.

7 Отбор проб

Отбор проб приведен в *ГОСТ 26809*.

Проба должна быть представительной, а также без повреждений и изменений при транспортировки и хранении.

Хранят испытательный образец так, чтобы предотвратить ухудшение или изменение в составе.

8 Приготовление испытательного образца

8.1 Сухое молоко и сыворотка в порошке

Перемещают испытательный образец в контейнер для образца (см. 6.2) объемом в два раза больше объема испытательного образца и закрывают контейнер. Тщательно размешивают испытательный образец повторяющимися встряхиваниями, переворачивая контейнер до получения однородного образца.

8.2 Казеины и казеинаты

8.2.1 Испытательный образец перемешивают и помещают в контейнер соответствующего объема (см. 6.2).

8.2.2 50 г испытательного образца проводят через испытательное сито (см. 6.13). Если 50 г испытательного образца проходят прямо через сито или почти полностью, пропускают весь испытательный образец (см. 8.2.1) через сито.

8.2.3 Если испытательный образец не проходит полностью через сито, применяют измельчительное устройство (см. 6.11) для достижения того состояния. Отсортированный через сито испытательный материал помещают в контейнер для образца (см. 6.2) и размешивают в закрытом контейнере. Во время таких операций, следует принимать меры предосторожности во избежание изменений в содержании воды продукта.

8.2.4 Готовят рабочую часть испытательного образца по 9.4.

8.3 Сыр

8.3.1 Предварительно, до анализа, снимают корку или заплесневевший поверхностный слой испытательного образца, испытательный образец должен соответствовать потребляемому сыру.

8.3.2 Измельчают испытательный образец посредством соответствующего устройства (см. 6.11). Размешивают измельченную массу. Рекомендуется измельчать и размешивать образец вторично. После измельчения каждого образца очищают устройство. Если испытательный образец невозможно измельчить, его размешивают, взбалтывают и растирают.

8.3.3 После измельчения испытательный образец помещают в воздухонепроницаемый контейнер (см. 6.2), испытание необходимо провести незамедлительно. Если испытание проводится не сразу принимаются все меры предосторожности, для обеспечения соответствующей сохранности испытательного образца и во избежание сбора влаги на внутренней поверхности контейнера.

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

8.4 Сыр из сыворотки

Готовят испытательный образец как установлено в 8.3.2

9 Процедура

9.1 Приготовление омедненной колонки кадмия

9.1.1 От 40 до 60 г гранул кадмия (см. 5.2) для каждой колонки помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ (см. 6.3). Добавляют рабочий раствор соляной кислоты (см. 5.7) так чтобы залить кадмий, затем колбу вращают несколько минут.

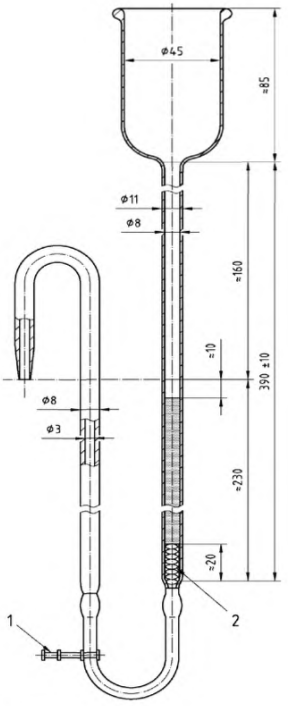
9.1.2 Декантируют раствор (см. 9.1.1). Кадмий промывают в конической колбе водой до очищения от ионов хлорида (т.е. до отрицательного показателя реакции с серебряным нитратом).

9.1.3 Гранулы кадмия омедняют раствором сульфата меди (II) (см. 5.4). На 1 г кадмия требуется 2,5 см³ раствора меди. Вращают 1 минуту.

9.1.4 Декантируют раствор (см. 9.1.3) и промывают омедненный кадмий водой, учитывая то, что кадмий постоянно должен быть залит водой. Промывают кадмий до тех пор, пока промывочная вода не будет содержать осадков меди.

9.1.5 На дно стеклянной колонки (см. 6.9), предназначенной для содержания омедненного кадмия устанавливают пробку из стекловаты (см. Рисунок 1). Наполняют стеклянную колонку водой.

Размеры в миллиметрах



1 – прикручивающаяся лампа;
2 – пробка из стекловаты

Рисунок 1 – Аппарат для восстановления нитрата

9.1.6 Омедненный кадмий перемещают в стеклянную колонку с минимальным воздействием воздуха. Высота омедненного кадмия должна быть от 150 до 200 мм. Избегают попадания воздушных пузырей между гранулами омедненного кадмия. Уровень жидкости не должен падать ниже верхнего уровня кадмия.

9.1.7 Через новую колонку пропускают смесь состоящую из воды объемом 750 см³, рабочего раствора нитрата калия (см. 5.17) объемом 225 см³, раствора EDTA (см. 5.10) объемом 20 см³ со скоростью потока не более 6 мл в минуту и кондиционируют. Колонку промывают водой объемом 50 см³.

9.2 Проверка восстановительной способности колонки

9.2.1 Восстановительную способность колонки проверяют в начале и в конце серий определений не меньше двух раз в день.

9.2.2 Пипеткой отмеряют 20 см³ рабочего раствора нитрата калия, помещают (см. 5.17) в резервуар поверх колонки, затем добавляют 5 см³ буферного раствора (см. 5.19) к содержимому резервуара. Содержимое резервуара пропускают через колонку со скоростью потока не более 6 мл в минуту. Собирают элюат в 100 мл мерную колбу (6.4).

9.2.3 Стенки пустого резервуара восстановительной колонки промывают водой объемом 15 см³. Повторяют процедуру с таким же количеством воды. Когда вторая промывка вошла в колонку, наполняют резервуар водой полностью. Пропускают полное содержание резервуара через колонку при максимальной скорости потока. Собирают 100 см³ элюата.

9.2.4 Элюат (см. 9.2.3) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Разбавляют содержимое до метки водой и размешивают.

9.2.5 Пипеткой отмеряют 10 см^3 элюата (см. 9.2.4), помещают в мерную колбу вместимостью 10 см³ (см. 6.4). Разбавляют элюат водой объемом 60 см³ и размешивают. Продолжают, как установлено в 9.7–9.9.

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

9.3 Восстановление колонки

9.3.1 Колонку восстанавливают в конце каждого дня использования, или чаще, если проверка (см. 9.2) указывает на потерю результативности.

9.3.2 К 100 см³ воды добавляют 5 см³ раствора EDTA (см. 5.10) и 2 см³ рабочего раствора соляной кислоты (см. 5.7) и размешивают. Полученный раствор пропускают через колонку при скорости потока 10 см^3 в минуту.

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

9.3.4 Если результативность колонки не удовлетворительная, повторяют процедуру установленную в 9.1.7.

9.4 Приготовление рабочей части образца

9.4.1 Сухое молоко

Взвешивают с точностью до 1 мг 10 г приготовленного испытательного образца (см. 8.1). Рабочую часть образца количественно переносят в мерную колбу вместимость 500 см³ (см. 6.3). Нагревают воду объемом 136 см³ при температуре от 50 °С до 55 °С и постепенно добавляют в рабочую часть образца. Рассеивают рабочую часть помешиванием стеклянным стержнем или встряхиванием конической колбы.

9.4.2 Сыворотка в порошке

5 г приготовленного испытательного образца (см. 8.1) взвешивают с точностью до 0,1 мг. Количественно переносят рабочую часть образца в мерную колбу вместимостью 500 см³ (см. 6.3). Воду объемом 136 см³ нагревают при температуре от 50 °С до 55 °С и постепенно добавляют в рабочую часть образца. Рассеивают рабочую часть помешиванием стеклянным стержнем или встряхиванием конической колбы. Коническую колбу накрывают алюминиевой фольгой или часовым стеклом и помещают ее в водяную баню на 15 минут. После водяной бани коническую колбу остужают до температуры от 50 °С до 60 °С.

9.4.3 Казеин

10 г приготовленного испытательного образца (см. 8.2) взвешивают с точностью до 1 мг. Рабочую часть образца количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ (см. 6.3). Воду объемом 136 см³ нагревают при температуре от 50 °С до 55 °С и постепенно добавляют в рабочую часть образца. Рассеивают рабочую часть помешиванием стеклянным стержнем или с помощью магнитной мешалки.

9.4.4 Казеинат

2 г приготовленного испытательного образца (см. 8.2) взвешивают с точностью до 0,1 мг. Рабочую часть образца количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ (см. 6.3). В рабочую часть образца добавляют 136 см³, предварительно нагретой до температуры от 50 °С до 55 °С, воды и 10 см³ буферного раствора (см. 5.19). Рассеивают рабочую часть помешиванием стеклянным стержнем или с помощью магнитной мешалки.

9.4.5 Сыр

10 г приготовленного испытательного образца (см. 8.3) взвешивают с точностью до 1 мг. Рабочую часть образца количественно переносят в стеклянный контейнер лабораторного миксера или гомогенизатор (см. 6.12). Воду объемом 144 см³ нагревают при температуре от 50 °С до 55 °С и постепенно добавляют в рабочую часть образца и размешивают в миксере или гомогенизаторе (6.12).

9.4.6 Сыр из сыворотки

Взвешивают с точностью до 1 мг 5 г приготовленного испытательного образца (см. 8.4). Рабочую часть образца количественно переносят в стеклянный контейнер лабораторного миксера или гомогенизатор (см. 6.12).

В рабочую часть образца добавляют 134 см³, предварительно нагретой до температуры от 55 °С до 55 °С, воды и размешивают в миксере или гомогенизаторе (см. 6.12).

9.5 Экстрагирование и депротеинация

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

9.5.1.1 В рабочую часть образца (см. 9.4.5), в следующем порядке, добавляют 12 см³ раствора сульфата цинка (см. 5.8), 12 см³ раствора гексаноферрата калия (II) (см. 5.9) и 40 см³ буферного раствора (см. 5.19) и тщательно размешивая после каждой добавки смешивают. Для получения чистого фильтрата, смесь оставляют в стеклянном контейнере от 15 до 60 минут, затем пропускают через бумажный фильтр (см. 6.8). Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 250 см³ (см. 6.3).

9.5.1.2 Важно получить чистый фильтрат в пределах установленного времени. Для этого рекомендуется использовать больше объема каждого осаждающего реактива (см. 5.8 и 5.9) (к примеру, при анализе созревших сыров), сократить объем предварительной нагретой воды предназначенный для поддержания объема фильтрата на уровне 200 см³.

ПРИМЕЧАНИЕ Общий объем фильтрата будет приблизительно 200 мл. Настоящий объем допускается при расчете по 10.1 и 10.2.

9.5.2 Сыр

9.5.2.1 К рабочей части образца (см. 9.4.5), в следующем порядке, добавляют 6 см³ раствора сульфата цинка (5.8), 6 см³ раствора гексаноферрата калия(II) (см. 5.9) и 40 см³ буферного раствора (см. 5.19), тщательно размешивая после каждой добавки, и смешивают. Для получения чистого фильтрата, смесь оставляют в стеклянном контейнере от 15 до 60 минут, затем пропускают через бумажный фильтр (см. 6.8), собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см³. (см. 6.3) (см. 9.5.1.2 и примечание).

9.6 Восстановление нитрата в нитрит

9.6.1 Пипеткой отмеряют 20 см³ фильтрата, (см. 9.5.1 или 9.5.2) помещают в резервуар поверх приготовленной восстановительной колонки (см. 9.1). Добавляют 5 см³ буферного раствора (см. 5.19) к содержимому резервуара. Размешивают стеклянной палочкой. Пропускают содержимое резервуара через колонку при скорости потока не более 6 см³ в минуту. Собирают элюат в мерную колбу вместимостью 100 см³ (см. 6.4).

9.6.2 Стенки пустого резервуара восстановительной колонки промывают водой объемом 15 см³. Повторяют промывку 15 см³ воды после того, как вся вода сбежала. Когда вторая промывка вошла в колонку, полностью наполняют резервуар водой. Пропускают полное содержание резервуара через колонку при максимальной скорости потока. Собирают 100 см³ элюата в мерную колбу вместимостью 100 см³ (см. 6.4).

9.6.3 4 Элюат помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят содержимое до метки водой и размешивают.

9.7 Контрольное испытание

9.7.1 Контрольное испытание проводят параллельно с определением, но заменяют рабочую часть образца в 9.8.1 равным объемом воды.

9.8 Определение

9.8.1 Пипеткой отмеряют равные объемы (к примеру, 25 см³) фильтрата, полученного по 9.5.1 или по 9.5.2 и элюата по 9.6.3 и помещают в отдельные мерные колбы вместимостью 100 см³ (см. 6.4). Добавляют воду в каждую колбу для получения объема в 60 см³ и смешивают.

9.8.2 Добавляют в раствор в колбе (см.9.8.1) 6 см³ раствора I (см. 5.11) и 5 см³ раствора II (см. 5.12). Осторожно смешивают растворы и оставляют колбу в защищенном от прямых солнечных лучей месте при температуре (20 ± 2) °С на 5 минут.

9.8.3 Добавляют в раствор в колбе (см. 9.8.2) 6 см³ раствора III (см. 5.13). Смешивают эти растворы и оставляют колбу в защищенном от прямых солнечных лучей месте при температуре (20 ± 2) °С на 5 минут. Разбавляют содержимое колбы до 100 см³ водой и смешивают.

9.8.4 Измеряют поглощение раствора, полученного в 9.8.3 по показателю контрольного испытания (см. 9.5) при помощи спектрометра (см. 6.10) при длине волны 538 нм за 15 минут.

9.9 Приготовление калибровочной кривой

9.9.1 Отмеряют пипеткой 0 (пустой); 2; 4; 6; 8; 12; и 20 мл рабочего раствора нитрита натрия (см. 5.15) и помещают в отдельные мерные колбы вместимостью 100 см³ (см. 6.4). Добавляют воду в каждую колбу для получения объем 60 см³.

9.9.2 Продолжают как установлено в 9.8.2 и 9.8.3.

9.9.3 С помощью спектрометра (см. 6.10), измеряют поглощение рабочих растворов нитрита натрия по сравнению с контрольным при длине волны 538 нм за 15 минут.

9.9.4 Изображают графически поглощения, полученные в 9.9.3 в сравнении с концентрациями нитрита, в микрограммах на миллиметр, вычисленные из количеств добавленного рабочего раствора нитрита натрия (см. 9.9.1).

10 Обработка результатов

10.1 Содержание нитрита

10.1.1 Вычисление содержания нитрита

Содержание нитрита образца ω_{N1} вычисляют по Формуле (1):

$$\omega_{N1} = \frac{20000 c_1}{mV} \qquad (1)$$

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

c_1 - цифровое значение концентрации, считываемое с калибровочной кривой, соответствующей измеренному поглощению испытательного раствора (см. 9.8.4), в микрограммах ионов нитрита на миллиметр;

m - масса рабочей части (см. 9.4) в граммах;

V - объем аликвотной части, отобранной из фильтрата (см .9.8.1) в миллилитрах.

10.1.2 Выражение результатов

Результаты выражают до одного десятичного знака.

10.2 Содержание нитрата

10.2.1 Вычисление содержания нитрата

Содержание нитрита образца ω_{N2} вычисляют по Формуле (2):

$$\omega_{N2} = 1{,}35\left[\left(\frac{100000c_2}{mV}\right) - \omega_{N1}\right] \qquad (2)$$

где ω_{N2} - является содержанием нитрата образца, в миллиграммах ионов нитрата на килограмм;

c_2 - цифровое значение концентрации, считываемое с калибровочной кривой, соответствующей измеренному поглощению испытательного раствора (см. 9.9.4), в микрограммах ионов нитрита на миллиметр;

m - масса рабочей части (см. 9.4) в граммах;

V - объем аликвотной части, отобранной из экстракта, (см. 9.8.1) в миллилитрах.

10.2.2 Вычисление содержания нитрата, с учетом восстановительной способности колонки

Если восстановительная способность колонки принята во внимание, вычисляют содержание нитрата ω_{N2} по Формуле (3):

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

где r - цифровое значение восстановительной способности колонки в конце серии определений.

10.2.3 Выражение результатов

Выражают результаты до целых.

11 Точность

11.1 Общие положения

Показания пределов сходимости и воспроизводимости соответствуют доверительной вероятности 95 % и не могут применяться к диапазонам концентрации и матрицам, за исключением приведенных.

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 Повторяемость

11.2.1 Нитриты

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 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 материале в одной лаборатории одним лаборантом при использовании одного оборудования за короткий промежуток времени, будет не более 5 % случаев превышать:

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

- для сухого молока, сухой сыворотки, казеинов, казеинатов и сыра с содержанием нитрата ≥ 30 мг/кг – 10 % арифметического среднего значения результатов;

- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата более 30 мг/кг - 5 мг/кг;

- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата ≥ 30 мг/кг - 15 % арифметического среднего значения результатов.

11.2.3 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 сухого молока с содержанием нитрата менее 30 мг/кг - 8 мг/кг;

- для сухого молока с содержанием нитрата ≥ 30 мг/кг - 25 % арифметического среднего значения результатов;

- для сухой сыворотки с содержанием нитрата более 30 мг/кг - 5 мг/кг;

- для сухой сыворотки с содержанием нитрата ≥ 30 мг/кг – 15 % арифметического среднего значения результатов;

- для казеинов и казеинатов – 25 % арифметического среднего значения результатов;

- - для сыра с содержанием нитрата менее 30 мг/кг - 6 мг/кг;

- для сыра с содержанием нитрата ≥ 30 мг/кг – 25 % арифметического среднего значения результатов;

- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата более 30 мг/кг - 10 мг/кг;

- для сыра из сыворотки с содержанием нитрата ≥ 30 мг/кг – 15 % арифметического среднего значения результатов.

12 Оформление результатов испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующее:

- всю необходимую информацию для полной идентификации образца;
- метод отбора проб;
- применяемый испытательный метод, со ссылкой на настоящий стандарт;
- все оперативные детали, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся дополнительными, вместе с деталями любых случаев, которые могут повлиять на результаты;
- полученные результаты или, если проверялась воспроизводимость, конечные цитированные полученные результаты.

УДК 637.1/3.:637.04/.07:543/546.758:006.354(574) МКС 67.100.01

Ключевые слова: молоко и молочные продукты, содержание нитрата, содержание нитрита, спектрометрия, восстановление кадмием, реактив, гранулы кадмия, соляная кислота, раствор, определение, калибровочный график

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