Поправка к ГОСТ ISO 8070/IDF 119—2014* Молоко и молочные продукты. Определение содержания кальция, натрия, калия и магния. Спектрометрический метод атомной абсорбции

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	Минэкономразвития Республики Армения

* Не принят на территории Российской Федерации.

(ИУС № 6 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 8070/IDF 119— 2014

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания кальция, натрия, калия и магния

Спектрометрический метод атомной абсорбции

(ISO 8070:2007, IDT)

(IDF 119:2007, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 9631
30 июня 2014 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

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

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

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

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба "Туркменстандартлары"
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8070 | IDF 119:2007 Milk and milk products — Determination of calcium, sodium, potassium and magnesium contents — Atomic absorption spectrometric method (Молоко и молочные продукты. Определение содержания кальция, натрия, калия и магния. Спектрометрический метод атомной абсорбции).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальном органе по стандартизации.

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

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Подготовка проб 3
9 Проведение испытания 4
10 Расчеты и обработка результатов испытаний 7
11 Точность 8
12 Протокол испытаний 8
Приложение А (справочное) Межлабораторные сличения 9
Библиография 13

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

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение содержания кальция, натрия, калия и магния. Спектрометрический метод атомной абсорбции

Milk and milk products
Determination of calcium, sodium, potassium and magnesium contents
Atomic absorption spectrometric method

Дата введения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает ферментативный метод определения содержания кальция, натрия, калия и магния в молоке и молочных продуктах.

Данный метод применяют для молока, сыворотки, пахты, йогурта, сливок, сухого молока, масла, сыра, казеина и казеината.

2 Нормативные ссылки

При использовании настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание стандарта (включая все его изменения).

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

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

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Термины и определения

В целях настоящего стандарта применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 содержание кальция, натрия, калия и магния (calcium, sodium, potassium, magnesium contents): Массовая доля вещества, определенная в порядке, указанном в настоящем стандарте.

Примечание – Соответствующее содержание выражают в миллиграммах на грамм.

4 Сущность метода

Органическое вещество разлагают путем сухого или мокрого озоления, используя азотную кислоту либо в открытой микроволновой системе мокрого озоления, либо в герметической системе мокрого озоления, либо в герметичном политетрафторэтиленовом (ПТФЭ) сосуде для разложения, либо в любом другом подходящем устройстве для мокрого озоления. В случае сухого озоления золу, содержащую кальций, натрий, калий и магний, растворяют в растворе азотной кислоты или в случае мокрого озоления разбавляют минерализат. Испытуемый и калибровочный растворы распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени спектрометра атомной абсорбции; их абсорбцию измеряют при соответствующей длине волны.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, если нет иных указаний, и воду, соответствующую 2 степени по ISO 3696, если не установлено иное.

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ – При использовании кислоты операторы должны защитить себя специальными очками и перчатками. Работа с кислотой должна осуществляться под соответствующей вытяжкой.

5.1 **Азотная кислота** (HNO_3), концентрированная, массовой долей 65 %.

5.2 **Раствор азотной кислоты** (HNO_3), объемной долей 25 %.

5.3 **Раствор лантана хлористого (III),** с $c(LaCl_3\ 7H_2O)$ = 27 г/л.

Растворяют в небольшом количестве воды 27 г гептагидрата лантана хлористого (III) ($LaCl_3\ 7H_2O$). Разбавляют до 1 л и перемешивают.

5.4 **Основной раствор, содержащий ионы кальция,** доступный для приобретения, или эквивалент, соответствующий $c(Ca^{2+})$ = 1 г/л.

5.5 **Основной раствор, содержащий ионы натрия,** доступный для приобретения, или эквивалент, соответствующий $c(Na^{+})$ = 1 г/л.

5.6 **Основной раствор, содержащий ионы калия,** доступный для приобретения, или эквивалент, соответствующий $c(K^{+})$ = 1 г/л.

5.7 **Основной раствор, содержащий ионы магния,** доступный для приобретения, или эквивалент, соответствующий $c(Mg^{2+})$ = 1 г/л.

5.8 **Стандартный рабочий раствор,** содержащий 100 мг/л кальция, 20 мг/л натрия, 20 мг/л калия и 10 мг/л магния.

В мерную колбу с одной меткой (6.3) вместимостью 100 мл отмеряют пипеткой 10 мл основного раствора, содержащего ионы кальция (5.4), 2 мл основного раствора, содержащего ионы натрия (5.5), 2 мл основного раствора, содержащего ионы калия (5.6), 1 мл основного раствора, содержащего ионы магния (5.7), и перемешивают. Добавляют 5 мл раствора азотной кислоты (5.2). Разбавляют водой до отметки 100 мл и снова перемешивают.

Полученный раствор хранят в бутылке из полиэтилена высокой плотности (PE-HD) (6.7), чтобы избежать любого загрязнения.

5.9 **Петролейный эфир** с интервалом кипения 40 °C – 60 °C.

Петролейный эфир дистиллируют при необходимости в стерильной перегонной установке.

5.10 **Перекись водорода** (H_2O_2), объемной долей 30 %.

6 Оборудование

6.1 Чистую стеклянную посуду хранят в растворе азотной кислоты массовой долей около 10 %. Всю стеклянную и пластиковую посуду тщательно промывают 10%-ной азотной кислотой и выдерживают в этом растворе не менее 6 ч. Перед использованием стеклянную и пластиковую посуду промывают три раза дважды дистиллированной водой и дают высохнуть. Чистую стеклянную и пластиковую посуду помещают в свободную от пыли среду, чтобы обеспечить отсутствие загрязнения к моменту ее использования.

Применяют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.2 **Аналитические весы,** способные обеспечить взвешивание с точностью до 1 мг, с ценой деления 0,1 мг.

6.3 **Мерные колбы с одной меткой,** номинальной емкостью 20, 50, 100, 250 и 1000 мл, соответствующие требованиям ISO 1042.

6.4 **Пипетки с одной меткой,** номинальной емкостью 1, 2, 5 и 10 мл, соответствующие требованиям ISO 648.

6.5 **Микропипетка,** способная регулироваться на 1 – 5 мл, с пластиковым наконечником.

6.6 **Градуированный мерный цилиндр** на 10 мл.

6.7 **Бутылки из полиэтилена высокой плотности (PE-HD),** пригодные для хранения стандартного и пробного растворов.

6.8 **Кварцевые тигли емкостью** 25 – 50 мл.

6.9 **Программируемые печи,** способные обеспечить достижение температуры не менее (550 ± 25) °C и программирование скорости нагрева в 50 °C/ч.

6.10 **Открытая фокусированная микроволновая система мокрого озоления,** обеспечивающая мощность микроволн 200 Вт, оснащенная емкостями объемом 50 мл и адаптированной системой охлаждения.

6.11 **Герметичная микроволновая система мокрого озоления,** обеспечивающая мощность

микроволн от 0 до 1000 Вт, с устройствами для регулирования температуры и давления, с воздушным охлаждением, оснащенная соответствующими сосудами емкостью 50 мл, доступная для приобретения в торговой сети или эквивалентная.

6.12 **Сосуды для разложения,** изготовленные из нержавеющей стали, с адаптированными внутренними сосудами из политетрафторэтилена (ПТФЭ) емкостью 23 мл, с навинчивающимися крышками (герметичные ПТФЭ-сосуды для мокрого озоления), доступные для приобретения в торговой сети или эквивалентные им.

6.13 **Печь,** способная нагреваться до 150 °С (для бомб озоления).

6.14 **Спектрометр пламенной атомной абсорбции** с воздушно-ацетиленовой горелкой, пригодный для измерения при различной длине волн: для процедур определения содержания ионов кальция при 422,7 нм, при 589,6 нм – для натрия, при 766,5 нм – для калия, при 285,2 нм – для магния; оснащенный лампами с полым катодом одноэлементного или комбинированного типа.

6.15 **Водяные бани,** способные поддерживать установленную температуру в пределах (20 ± 2) °С, (40 ± 1) °С, (45 ± 1) °С и (65 ± 1) °С.

6.16 **Центрифуга,** способная обеспечивать радиальное ускорение в 2500 g, с пробирками емкостью не менее 150 мл.

6.17 **Соответствующее измельчающее приспособление.**

6.18 **Сито** без загрязнений, с номинальным размером отверстий 0,5 мм.

7 Отбор проб

В лабораторию должна предоставляться репрезентативная проба. Ее необходимо беречь от повреждений или изменений во время перевозки или хранения.

Отбор проб не является составной частью метода, устанавливаемого настоящим стандартом. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707 | IDF 50. Пробу, предназначенную для испытаний, хранят таким образом, чтобы предотвратить порчу или изменение ее состава.

8 Подготовка проб

Избегают любого загрязнения пробы, предназначенной для испытаний.

8.1 Молоко и сыворотка

Испытуемый образец помещают на водяную баню (6.15), установленную на 20 °С, и тщательно перемешивают. Если (в случае молока) жир распределен неравномерно, испытуемый образец медленно подогревают на водяной бане (6.15), установленной на 40 °С. Перемешивают осторожно, исключительно путем опрокидывания. После того как образец тщательно перемешан, его быстро охлаждают повторно на водяной бане (6.15), установленной на 20 ° С.

8.2 Пахта

Удаляют при необходимости все масляные гранулы. Непосредственно перед взвешиванием (9.1.1.1 или 9.1.2.1) испытуемый образец помещают на водяную баню (6.15), установленную на 20 °С, и осторожно перемешивают.

8.3 Йогурт

Испытуемый образец помещают на водяную баню (6.15), установленную на 20 °С, и осторожно перемешивают. Если отделяется сыворотка, образец энергично взбалтывают непосредственно перед взвешиванием (9.1.1.1 или 9.1.2.1).

8.4 Сливки

Испытуемый образец помещают на водяную баню (6.15), установленную на 20 °С. Тщательно перемешивают или взбалтывают, но не настолько энергично, чтобы вызвать пенообразование или сбивание масла. Если сливки очень густые или если жир распределен неравномерно, образец медленно подогревают на водяной бане (6.15), установленной на 40 °С, чтобы облегчить перемешивание. Быстро охлаждают испытуемый образец на водяной бане (6.15), установленной на 20 °С.

Примечание – Достоверных результатов нельзя ожидать, если испытуемый образец недостаточно тщательно перемешали или если в испытуемом образце появились признаки наличия масла или какие-либо другие отклонения от нормы.

8.5 Сухое молоко

Испытуемый образец помещают в контейнер вместимостью, приблизительно вдвое большей объема образца с воздухонепроницаемой крышкой. Контейнер сразу закрывают. Сухое молоко тщательно перемешивают, часто встряхивая и переворачивая контейнер.

8.6 Масло

Из-за возможного неоднородного распределения ионов в масле их определяют в плазме масла.

Примечание – Содержание ионов в жировой фазе, полученной из масла описанным способом, является незначительным по сравнению с содержанием в плазме масла, и его можно игнорировать.

В сухой пробирке центрифуги (6.16), масса которой была определена заранее, взвешивают 100 г испытуемого образца с точностью до 100 мг. Пробирку помещают в водяную баню (6.15), установленную на 45 °C. Как только масло растаяло, его центрифугируют с радиальным ускорением 2500 g.

Прозрачный слой жира по возможности удаляют из пробирки, используя пипетку. Затем добавляют 10 мл петролейного эфира (5.9), чтобы разбавить оставшийся слой жира в пробирке, и полученную смесь опять удаляют с помощью пипетки. Повторяют добавление и удаление смеси петролейного эфира два раза.

Остаток петролейного эфира удаляют, подогревая пробирку на водяной бане (6.15), установленной на 65 °C. Охлаждают на водяной бане (6.15), заранее установленной на 20 °C. Наружную часть пробирки протирают чистой бумажной салфеткой. Пробирку вместе с ее содержимым взвешивают с точностью до 100 мг. Непосредственно перед взвешиванием испытуемого образца (9.1.1.1 или 9.1.2.1) содержимое осторожно перемешивают.

Примечание – Масло может также быть полностью растворено при использовании сухого или герметического микроволнового мокрого озоления, в ходе которого масло нагревают примерно до 30 °C, гомогенизируют, тщательно размешивая, и проводят непосредственный отбор пробы для анализа.

8.7 Сыр

Удаляют корку, а также грязную или заплесневелую поверхность сыра для того, чтобы обеспечить репрезентативность испытуемого образца в отношении его обычного употребления. Испытуемый образец перемалывают с помощью соответствующего приспособления (6.17). Всю массу быстро перемешивают, после чего желательно быстро перемолоть ее еще раз.

Если испытуемый образец (например, мягкого сыра) нельзя перемолоть, всю пробу тщательно перемешивают. Обработанную пробу или ее репрезентативную часть немедленно переносят в контейнер, снабженный непроницаемой для воздуха крышкой.

Испытуемый образец следует анализировать как можно быстрее после перемалывания. Нельзя подвергать исследованию перемолотый сыр, на котором заметно образование нежелательных видов плесени или который начинает портиться.

8.8 Казеины и казеинаты

8.8.1 Если большая часть испытуемого образца является достаточно мелкой, чтобы пройти через сито (6.18), она может использоваться без всякого размалывания. Около 50 г просеянного испытуемого образца помещают в контейнер с воздухонепроницаемой крышкой, вместимость которого приблизительно вдвое превышает объем испытуемого образца.

Контейнер немедленно закрывают. Испытуемый образец тщательно перемешивают, многократно встряхивая и переворачивая контейнер.

8.8.2 Если большая часть испытуемого образца не является достаточно мелкой, чтобы пройти через сито (6.18), около 50 г испытуемого образца перемалывают, пока основная его часть не пройдет через сито. Весь просеянный испытуемый образец помещают в контейнер. Далее процедуру продолжают, как описано в 8.8.1.

9 Проведение испытания

9.1 Проба для анализа

Примечание – Если необходимо проверить, соблюдаются ли требования повторяемости, выполняют два отдельных определения в одинаковых условиях.

9.1.1 Проба для сухого озоления

9.1.1.1 Молоко, йогурт, сливки, сыворотка, масло и пахта

В кварцевом тигле (6.8) взвешивают 10 г подготовленного образца (8.1 – 8.4, 8.6) с точностью до 1 мг.

9.1.1.2 Сухое молоко, сыр, казеин и казеинат

В кварцевом тигле (6.8) взвешивают 1 г подготовленного образца (8.5, 8.7, 8.8) с точностью до 1 мг.

9.1.2 Проба для мокрого озоления

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – При использовании системы, функционирующей под давлением (герметичный ПТФЭ-сосуд для разложения или герметичная микроволновая система мокрого озоления), особое внимание необходимо уделять условиям, позволяющим избежать любого риска взрыва. В частности, особенно тщательно следует следить за размером пробы для анализа. В сосуде для мокрого озоления вместимостью 25 мл должен исследоваться образец, не превышающий количества, соответствующего 200 мг сухого вещества (общий размер пробы не должен превышать 1 г). Печь, в которой проводится озоление, должна быть помещена под вытяжку.

9.1.2.1 Молоко, йогурт, сливки, сыворотка, масло, пахта

С точностью до 1 мг взвешивают 0,5 г – 1 г подготовленного образца (8.1 – 8.4, 8.6) в микроволновой системе (6.10 или 6.11) или в ПТФЭ-сосуде (6.12).

9.1.2.2 Сухое молоко, казеин, казеинат или сыр

С точностью до 1 мг взвешивают 0,2 – 0,5 г подготовленного образца (8.5, 8.7, 8.8) в микроволновой системе (6.10 или 6.11) или в ПТФЭ-сосуде (6.12).

9.2 Разложение органического вещества

9.2.1 Сухое озоление

Кварцевый тигель (9.1.1.1 или 9.1.1.2) помещают в программируемую печь (6.9), установленную на комнатную температуру. Включают программу нагрева печи, которая содержит этапы сушки и предварительного озоления, увеличивая температуру по 50 °С/ч до 550 °С. Температуру печи поддерживают 550 °С на протяжении 6 ч.

Если после охлаждения полученная от анализируемой пробы зола все еще имеет серый цвет, золу растворяют в 1 мл раствора азотной кислоты (5.2). Процедуру сухого озоления продолжают, снова начиная с 9.2.1.

9.2.2 Мокрое озоление

9.2.2.1 Микроволновое озоление

Используют либо открытую фокусированную (9.2.2.1.1), либо герметичную (9.2.2.1.2) микроволновую систему мокрого озоления.

9.2.2.1.1 Открытая система мокрого озоления с использованием микроволн

Применяют программу разложения, используя открытую микроволновую систему мокрого озоления (6.10), указанную в таблице 1.

Примечание – Такие параметры, как тип и объем реагента, который необходимо добавить, мощность СВЧ-излучения и время разложения могут быть модифицированы в соответствии с типом и размером испытуемого образца.

Таблица 1 – Открытая микроволновая система озоления. Программа разложения

Этап	Добавляемый реагент	Объем, мл	Мощность, Вт	Время, мин
1	H_2O (дистиллированная)	2	–	–
2	HNO_3 (5.1)	7	30	5
3	–	–	80	15
4	H_2O_2 (5.10)	1	60	5

9.2.2.1.2 Герметичная микроволновая система мокрого озоления

В открытую микроволновую систему (6.11), перед тем как ее закрыть, добавляют 3 мл раствора азотной кислоты (5.2). Систему помещают в микроволновую печь (6.11). Используют программу разложения с применением герметичной системы, указанной в таблице 2.

Примечание – Такие параметры, как тип и объем реагента, который необходимо добавить, мощность СВЧ-излучения и время разложения могут быть модифицированы в соответствии с типом и размером испытуемого образца.

Таблица 2 – Герметичная микроволновая система озоления – Программа разложения

Этап	Начальная мощность, Вт	Время, мин	Конечная мощность, Вт	Система охлаждения
1	500	10	800	Низкая
2	800	20	1000	Низкая
3	0	20	0	Высокая

9.2.2.2 Сосуд для разложения

В сосуд для разложения (6.12), перед тем как его закрыть, добавляют 3 мл раствора азотной кислоты (5.2). Сосуд помещают в печь (6.13), установленную на комнатную температуру. Температуру печи увеличивают до 150 °С и выдерживают сосуд при 150 °С не менее 3 ч.

9.3 Определение

9.3.1 Подготовка испытуемого раствора

9.3.1.1 Сухое озоление

Полученную золу (9.2.1) растворяют в 1 мл раствора азотной кислоты (5.2). Содержимое тигля количественно переносят в мерную колбу с одной меткой (6.3) вместимостью 250 мл, смывая водой. Добавляют воду до отметки 250 мл. Тщательно перемешивают и продолжают процедуру разбавления водой по 9.3.1.3.

9.3.1.2 Мокрое озоление

Приготовленный раствор (9.2.2) сначала охлаждают до комнатной температуры, причем атмосферное давление понижают, перед тем как переместить раствор в полном объеме в мерную колбу с одной меткой (6.3) вместимостью 50 мл. Добавляют воды до 50 мл. Тщательно перемешивают и продолжают процедуру разбавления (9.3.1.3).

9.3.1.3 Разбавление

В зависимости от типа испытуемого образца и определяемых ионов контрольный раствор (либо 9.3.1.1, либо 9.3.1.2) разбавляют (коэффициент разбавления f1), используя микропипетку (6.5), в требуемых мерных колбах с одной меткой (6.3). Добавляют объемную долю в 10 % (одна десятая объема мерной колбы) раствора хлористого лантана (III) (5.3), используя мерный градуированный цилиндр (6.6). Разбавляют водой до метки используемой мерной колбы.

9.3.2 Контрольное испытание

Параллельно с процедурой, проводимой для анализируемой пробы, выполняют контрольное испытание, используя ту же процедуру и те же количества всех реагентов, добавляемых на этапах разложения (9.2) и определения (9.3) анализируемой пробы.

9.3.3 Измерение спектрометрическим методом пламенной атомной абсорбции

Пламенный спектрометр (6.14) и состояние его пламени регулируют в соответствии с рекомендациями изготовителя для того, чтобы достигнуть оптимальной точности и чувствительности. Спектрометр устанавливают на требуемую длину волны в зависимости от вида определяемого иона (6.14).

9.3.3.1 Калибровка

Объемы и соответствующие концентрации даны только в качестве рекомендаций. Их выбирают в пределах линейного диапазона конкретного используемого аппарата (не менее пяти концентраций, включая нулевое значение).

В шесть мерных колб с одной меткой (6.3) вместимостью 100 мл, используя микропипетку (6.5), помещают следующие объемы стандартного рабочего раствора (5.8): 0 (нулевое значение), 0,1, 2,0, 3,0, 4,0 и 5,0 мл. В каждую колбу добавляют 10 мл раствора хлористого лантана (III) (5.3). Разбавляют водой до отметки 100 мл и перемешивают. Получаемые в результате калибровочные растворы приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Калибровочные растворы

Номер колбы	Раствор, содержащий ионы кальция, мг/л	Раствор, содержащий ионы натрия, мг/л	Раствор, содержащий ионы калия, мг/л	Раствор, содержащий ионы магния, мг/л
1	0	0	0	0
2	1,0	0,2	0,2	0,1
3	2,0	0,4	0,4	0,2

Окончание таблицы 3

Номер колбы	Раствор, содержащий ионы кальция, мг/л	Раствор, содержащий ионы натрия, мг/л	Раствор, содержащий ионы калия, мг/л	Раствор, содержащий ионы магния, мг/л
4	3,0	0,6	0,6	0,3
5	4,0	0,8	0,8	0,4
6	5,0	1,0	1,0	0,5

9.3.3.2 Калибровочные кривые

После калибровки для каждого определяемого иона последовательно отсасывают из колбы нулевой раствор и пять калибровочных, по три раза каждый из растворов. Вычисляют среднюю величину абсорбции. Среднюю величину абсорбции нулевого раствора вычитают из средних величин абсорбции каждого из калибровочных растворов. Результирующие значения абсорбции представляют в виде графика по отношению к соответствующей концентрации ионов.

Примечание – В зависимости от имеющейся в наличии аппаратуры вычитание также может производиться автокоррекцией нуля.

9.3.3.3 Измерение стандартного раствора

Значения абсорбции исследуемого раствора (9.3.1) и контрольного испытания (9.3.2) определяют сразу после калибровочных измерений при тех же условиях для каждого иона. Исследуемый раствор разбавляют (коэффициент разбавления f_2) раствором нулевого калибра (9.3.3.1), если получаемый от него сигнал превышает самый высокий сигнал стандартного калибровочного раствора. К каждому из полученных в результате разбавления растворов добавляют такое количество раствора хлористого лантана (III) (5.3), чтобы его конечная объемная доля в растворе составляла 10 %. Измерения повторяют. Чтобы установить любые возможные отклонения в ходе измерений, в конце серии замеров по каждому иону проводят по крайней мере один замер калибровочного раствора.

Для каждого исследуемого раствора измерение проводят три раза. Вычисляют среднюю величину абсорбции. Из полученной средней величины вычитают среднюю величину абсорбции контрольного испытания. Полученное таким образом значение абсорбции берут, чтобы считывать соответствующее содержание исследуемого иона с калибровочной кривой (9.3.3.2).

10 Расчеты и обработка результатов испытаний

10.1 Расчеты

Содержание ионов вычисляют, используя следующую формулу:

$$w = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times f_1 \times f_2,$$

где w – это массовая доля иона (одного из ионов: Ca^{2+}, Na^{+}, K^{+}, Mg^{2+}) в исследуемом образце, выраженная в миллиграммах на грамм;

c – это концентрация ионов в миллиграммах на литр в исследуемом растворе (9.3.1), считанная с калибровочной кривой (9.3.3.2);

V – это объем в миллилитрах колбы, в которую количественно перемещают (9.3.1) сухую золу (V = 250 мл) или приготовленные растворы (V = 50 мл);

m – это масса в граммах исследуемого образца, использованного в данной процедуре (9.1.1 или 9.1.2) (для масла берут m как массу образца масла, соответствующую массе образца сыворотки, использованного в испытании, см. 8.6);

f_1 – это степень разбавления исследуемого раствора, проведенного на этапе подготовки (9.3.1.3);

f_2 – это степень разбавления исследуемого раствора, проведенного на этапе измерения (9.3.3.3).

10.2 Обработка результатов испытания

Результаты испытания округляют до трех десятичных знаков.

11 Точность

Значения для предела повторяемости и воспроизводимости были получены из результатов межлабораторных сличений, выполненных в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2. Полный протокол испытания опубликован в [6].

Эти значения выражены для 95%-ного уровня вероятности, и они могут не подходить к иным диапазонам концентраций и другим растворам, кроме тех, которые приведены в данном стандарте, в особенности если содержание ионов находится вблизи предела определения (пример с кислотным казеином в приложении А).

Примечание – В вышеупомянутом межлабораторном сличении исследуемые образцы были взяты из одного и того же раствора после минерализации, а также были параллельно проанализированы методом оптической эмиссионной спектроскопии с индукционной плазмой (ICP-OES). На основании расчетов и результатов можно сделать вывод, что:

a) точность данных в целом, за исключением калия, для ICP-OES лучше по сравнению с методом атомной абсорбционной спектрометрии (AAS);

b) оба метода дали хорошо сопоставимые средние значения, которые оказались незначительно выше для ICP-OES. Метод AAS, описанный в настоящем стандарте, таким образом также может рассматриваться как точный;

c) для практического применения оба метода (методы определения AAS и ICP-OES) могут рассматриваться как эквивалентные в отношении получаемых результатов.

11.1 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными при помощи применения одного и того же метода на идентичных материалах исследования в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим одно и то же оборудование в течение краткого периода времени, не должна превышать более чем в 5 % случаев следующие значения:

– для натрия (Na^+): 13 %;
– для калия (K^+): 10 %;
– для кальция (Ca^{2+}): 8 %;
– для магния (Mg^{2+}): 8 %.

Примечание – Каждое процентное отношение выражено относительно среднеарифметического результата для натрия, калия, кальция и магния соответственно.

11.2 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными при помощи применения одного и того же метода на идентичном материале в разных лабораториях разными операторами, использующими различное оборудование, не должна превышать более чем в 5 % случаев следующие значения:

– для натрия (Na^+): 19 %;
– для калия (K^+): 16 %;
– для кальция (Ca^{2+}): 19 %;
– для магния (Mg^{2+}): 13 %.

Примечание – Каждое процентное отношение выражено относительно среднеарифметического результата для натрия, калия, кальция и магния соответственно.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

– всю информацию, необходимую для полной идентификации выборки;
– используемый метод отбора проб, если он известен;
– используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
– все рабочие подробности, не установленные в настоящем стандарте или расцененные как дополнительные, вместе с подробностями любого эпизода, который мог повлиять на результат (ы);
– полученные результаты исследования и, если повторяемость была проверена, окончательные приведенные результаты.

Приложение А
(справочное)

Межлабораторные сличения

Международные совместные сличения, в которых участвовало от 8 до 13 лабораторий, были проведены на двух различных пробах каждого молочного продукта, включенного в таблицы, содержащих различные массовые доли ионов натрия, калия, кальция и магния. Испытание было организовано MUVA, Кемптен, Германия.

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2 для получения данных, приведенных в таблицах А.1 – А.4.

Таблица А.1 – Результаты межлабораторных сличений для натрия

Образец	Число лабораторий с подтвержденными результатами (выбросы)	Средняя величина подтвержденных результатов, г/кг	Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	Значение повторяемости $r = 2{,}8s_r$	Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Значение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	CV(R)$_H$ [a], %	Коэффициент Хорвитца HorRat [b]
Контрольный раствор	8(1)	40,2 (мг/л)	0,7	2,0	1,7	0,7	2,0	1,6	9,2	0,2
Эталонный материал BCR 063	12	4,34	0,17	0,49	4,0	0,30	0,85	7,0	4,5	1,5
Концентрат белка сыворотки молока	13	1,74	0,10	0,29	6,1	0,16	0,44	9,2	5,2	1,8
Цельное сухое молоко	13	2,99	0,14	0,40	4,8	0,26	0,72	8,6	4,8	1,8
Плавленый сыр I	10(1)	8,17	0,29	0,82	3,6	0,29	0,82	3,6	4,1	0,9
Сухая сыворотка	13	6,30	0,29	0,81	4,6	0,47	1,33	7,5	4,3	1,7
Казеин (кислотный)	8(1)	0,040	0,041	0,11	102	0,046	0,13	114	9,2	12
Плавленый сыр II	12(1)	6,06	0,25	0,71	4,2	0,43	1,19	7,0	4,3	1,6
Сыр, высушенный сублимацией	13	16,8	0,5	1,5	3,2	0,7	1,9	4,0	3,7	1,1
Сухое обезжиренное молоко	13	4,05	0,26	0,73	6,4	0,29	0,82	7,2	4,6	1,6

[a] Коэффициент вариации воспроизводимости [(s_R/x) × 100] рассчитывается по уравнению Хорвитца, т. е.

$$CV(R)_H = 2^{(1-0{,}5\lg w)},$$

где w – массовая доля (т. е. 1 = 100 г/100 г, 0,001 = 1 г/кг).

[b] CV(R)/CV(R)$_H$ (см.[4]). Коэффициент Хорвитца приводит сравнение фактической измеренной точности и точности, вычисленной при помощи уравнения Хорвитца для метода измерения конкретно на данном уровне исследуемого иона [5].

Таблица А.2 – Результаты межлабораторных сличений для калия

Образец	Число лабораторий с подтвержденными результатами (выбросы)	Средняя величина подтвержденных результатов, г/кг	Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	Значение повторяемости $r = 2{,}8s_r$	Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Значение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	CV(R)н, %	Коэффициент Хорвитца HorRat
Контрольный раствор	8(2)	121 (мг/л)	2	6,2	1,8	3	9,0	2,7	7,8	0,3
Эталонный материал BCR 063	11(1)	17,0	0,5	1,3	2,7	0,6	1,6	3,4	3,7	0,9
Концентрат белка сыворотки молока	12(1)	5,52	0,27	0,74	4,8	0,37	1,0	6,6	4,4	1,5
Цельное сухое молоко	11(2)	11,8	0,5	1,3	4,0	0,76	2,1	6,4	3,9	1,6
Плавленый сыр I	11	3,52	0,16	0,45	4,5	0,19	0,53	5,3	4,7	1,1
Сухая сыворотка	13	23,5	0,6	1,6	2,4	1,2	3,4	5,2	3,5	1,5
Казеин (кислотный)	10(2)	0,026	0,015	0,042	58	0,022	0,062	85	9,8	8,7
Плавленый сыр II	11(2)	3,38	0,11	0,30	3,2	0,12	0,34	3,5	4,7	0,7
Сыр, высушенный сублимацией	11(2)	1,13	0,06	0,18	5,5	0,10	0,28	8,9	5,6	1,6
Сухое обезжиренное молоко	10(1)	16,0	0,25	0,7	1,6	0,68	1,9	4,7	3,7	1,2

Таблица А.3 – Результаты межлабораторных сличений для кальция

Образец	Число лабораторий с подтвержденными результатами (выбросы)	Средняя величина подтвержденных результатов, г/кг	Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	Значение повторяемости $r = 2{,}8s_r$	Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $R = s_R$	Значение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	CV(R)$_H$, %	Коэффициент Хорвитца HorRat
Контрольный раствор	10(2)	91,4 (мг/л)	0,8	2,2	0,9	1,9	5,3	2,1	8,1	0,3
Эталонный материал BCR 063	12	12,1	0,2	0,66	2,0	0,8	2,3	6,7	3,9	1,7
Концентрат белка сыворотки молока	11(2)	3,85	0,12	0,33	3,1	0,27	0,76	7,1	4,6	1,5
Цельное сухое молоко	12	9,49	0,23	0,64	2,4	0,56	1,6	5,9	4,0	1,5
Плавленый сыр I	11(2)	4,04	0,06	0,18	1,6	0,26	0,72	6,4	13,0	0,5
Сухая сыворотка	12(1)	4,82	0,36	1,0	5,5	0,38	1,1	7,9	4,5	1,8
Казеин (кислотный)	12(1)	0,382	0,023	0,06	6,1	0,16	0,44	41,3	6,5	6,3
Плавленый сыр II	12(1)	2,73	0,06	0,17	2,2	0,20	0,57	7,4	4,9	1,5
Сыр, высушенный сублимацией	12(1)	11,7	0,2	0,61	1,8	0,7	2,0	6,1	11,1	0,5
Сухое обезжиренное молоко	12(1)	12,9	0,2	0,69	1,9	0,9	2,4	6,7	3,8	1,7

Таблица А.4 – Результаты межлабораторных сличений для магния

Образец	Число лабораторий с подтвержденными результатами (выбросы)	Средняя величина подтвержденных результатов, г/кг	Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	Значение повторяемости $r = 2{,}8s_r$	Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Значение воспроизводимости $R = 2{,}8s_R$	Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	CV(R)$_H$, %	Коэффициент Хорвитца HorRat
Контрольный раствор	9(2)	15,1 (мг/л)	0,2	0,56	1,1	0,2	0,56	1,3	10,6	0,1
Эталонный материал BCR 063	12	1,08	0,02	0,07	2,3	0,04	0,01	3,3	5,6	0,6
Концентрат белка сыворотки молока	13	0,578	0,020	0,06	4,0	0,03	0,09	5,5	6,1	0,9
Цельное сухое молоко	12(1)	0,843	0,025	0,07	2,9	0,03	0,07	3,1	5,8	0,5
Плавленый сыр I	13(1)	0,225	0,006	0,017	2,5	0,008	0,02	3,5	7,1	0,5
Сухая сыворотка	13	1,14	0,02	0,06	1,9	0,05	0,14	4,3	5,5	0,9
Казеин (кислотный)	12(1)	0,054	0,003	0,008	6,2	0,008	0,002	15,4	8,8	1,8
Плавленый сыр II	13	0,171	0,008	0,022	4,7	0,013	0,036	7,4	7,4	1,0
Сыр, высушенный сублимацией	13	0,472	0,02	0,056	4,2	0,035	0,098	7,3	6,3	1,2
Сухое обезжиренное молоко	12(1)	1,14	0,012	0,033	1,0	0,027	0,076	2,4	5,5	0,4

Библиография

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

[2] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения)

[3] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений и результатов. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

[4] Enzyme Nomenclature Recommendations, Academic Press, New York, 1984
(Рекомендации по номенклатуре ферментов)

[5] FEIER and GOETSCH. Milchwissenschaft, 45 (7), 1990, pp. 440–441
(Молочные продукты)

[6] Bundesgesundheitsblatt (BGB), April 1990, №4. p. 176
(Федеральный вестник здравоохранения)

[1] Аналог IDF 50.

УДК 637.14.074:543.421.062(083.74)(476) МКС 07.100.30; 67.100.01 IDT

Ключевые слова: молоко, сыворотка, пахта, йогурт, сухое молоко, масло, сыр, казеины и казеинаты, кальций, натрий, калий, магний, сухое озоление, мокрое озоление, спектрометрический метод, пламенная атомная абсорбция

gost.e-ecolog.ru