ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания кальция, натрия, калия и магния Спектрометрический метод атомной абсорбции

СТ РК 2064-2010

ISO 8070:2007 / IDF 119:2007 Milk and milk products – Determination of calcium, sodium, potassium and magnesium contents – Atomic absorption spectrometric method, (MOD)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации 44 «Технолог»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 13 декабря 2010 года № 563-од

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 8070:2007 / 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).

По тексту проекта внесенные изменения выделены курсивом.

Международный стандарт ИСО 8070/IDF 119 разработан Техническим комитетом ИСО/ТК 34, *Пищевые продукты,* Подкомитетом ПК 5, *Молоко и молочные продукты, и* Международной федерацией предприятий молочной промышленности (IDF). Он издается совместно с ИСО и IDF.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – модифицирован (MOD)

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2015 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания кальция, натрия, калия и магния Спектрометрический метод атомной абсорбции

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический метод пламенной атомной абсорбции для определения содержания кальция, натрия, калия и магния в молоке и молочных продуктах.

Метод испытаний применим для молока и сыворотки, пахты, йогурта, сливок, сухого молока, масла, сыра, казеинов и казеинатов.

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 Республики Казахстан.

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

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

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

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 измерений.

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.*

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы 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 стандартов следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положения, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

* *Применяется в соответствии с СТ РК 1.9*

Содержание кальция, натрия, калия и магния, мг/г (calcium, sodium, potassium, magnesium contents): Массовая доля вещества, определенная процедурой, установленной в настоящем стандарте.

4 Общие положения

Органическое вещество разлагается при помощи метода сухого озоления или мокрого озоления при помощи азотной кислоты в открытой системе микроволнового влажного озоления или в аэрозольной микроволновой системе влажного озоления или в аэрозольном политетрафторэтиленовом (далее – ПТФЭ) сосуде для разложения или любым соответствующим инструментом в мокром озолении.

Зола, содержащая кальций, натрий, калий и магний, растворяется далее в растворе азотной кислоты в случае сухого озоления или сразу растворяется в случае мокрого озоления.

Испытуемые и калибровочные растворы атомизируются в ацетилено-воздушном пламени атомного абсорбционного спектрометра и их абсорбция измеряется при соответствующей длине волны.

5 Реагенты

Для проведения испытаний используют реактивы квалификации «чистый для анализа», воду, соответствующую классу 2 в соответствии с ИСО 3696.

ПРИМЕЧАНИЕ При использовании кислоты операторы должны соблюдать меры защиты, надев перчатки и очки. Манипуляции с кислотой должны выполняться в соответствующем вытяжном шкафу.

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

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

Разбавляют 25 мл азотной кислоты (5.1) до 100 мл водой и перемешивают.

5.3 Раствор трихлорида лантана, с $c(LaCl_3 \cdot 7H_2O)$ = 27 г/л.

Растворяют 27 грамм гептагидрата трихлорида лантана ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) в небольшом количестве воды в мерной колбе на 1 литр, доводят до 1 литра и перемешивают.

5.4 Основной раствор ионов кальция

Заводской стандарт-титр (фиксанал) или эквивалентный ему раствор $c(Ca^{2+})$ = 1 г/л.

5.5 Основной раствор ионов натрия

Заводской стандарт-титр (фиксанал) или эквивалентный ему раствор $c(Na^{+})$ = 1 г/л.

5.6 Основной раствор ионов калия

Заводской стандарт-титр (фиксанал) или эквивалентный ему раствор с $c(K^{+})$ = 1 г/л.

5.7 Основной раствор ионов магния

Заводской стандарт-титр (фиксанал) или эквивалентный ему раствор $c(Mg^{2+})$ =1 г/л.

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

Отмеряют пипеткой 10 мл основного раствора ионов кальция (5.4), 2 мл основного раствора ионов натрия (5.5), 2 мл основного раствора ионов калия (5.6) и 1 мл основного раствора ионов магния (5.7) в мерную колбу на 100 мл с одной меткой и перемешивают. Добавляют 5 мл раствора азотной кислоты (5.2). Разбавляют водой до метки 100 мл и вновь перемешивают.

Хранят стандартный рабочий раствор в бутылке из полиэтилена высокой плотности (далее - ПЭВП) так, чтобы избежать загрязнения.

5.9 Петролейный *(низкокипящий)* **эфир,** с диапазоном точки кипения от 40 °С до 60 °С.

Перегоняют петролейный эфир, при необходимости, с чистой дистилляционной насадкой.

5.10 Пероксид водорода (H_2O_2), с объемной долей 30 %.

6 Оборудование

6.1 Общие положения

Хранят чистую стеклянную (лабораторную) посуду в растворе азотной кислоты с массовой долей около 10 %. Очищают всю лабораторную и пластиковую посуду тщательно 10 %-ой азотной кислотой и оставляют в этом растворе в течение не менее 6 часов. Перед использованием промывают стеклянную и пластиковую посуду три раза бидистиллированной водой и высушивают. Хранят чистую лабораторную и пластиковую посуду в чистой от пыли среде, чтобы обеспечить отсутствие загрязнений при использовании.

Используют обычное лабораторное оборудование, и в частности, следующее:

а) Аналитические весы, позволяющие взвешивать с точностью до 1 мг, с отсчетом по шкале до 0,1 мг.

б) Мерные колбы с одной меткой, номинальной вместимостью 20; 50; 100; 250; 1000 мл, соответствующие требованиям *ГОСТ 1770*.

в) Пипетки с одной меткой, номинальной вместимостью 1; 2; 5; 10 мл, соответствующие требованиям по *ГОСТ 29169*.

г) Микропипетка, градуированная от 1 мл до 5 мл, с пластиковым наконечником.

д) Градуированный мерный цилиндр, емкостью 10 мл.

е) Бутылки ПЭВП, предназначенные для хранения стандартных и пробных растворов.

ж) Тигель кварцевый, емкостью от 25 мл до 50 мл.

и) Регулируемая муфельная печь, дающая температуру не менее 550 °С ± 25 °С со скоростью нагрева 50 °С/ч.

к) Открытая специальная микроволновая система мокрого озоления, дающая 200 Вт микроволновой энергии, оборудованная соответствующими сосудами емкостью 50 мл с налаженной системой охлаждения.

л) Аэрозольная микроволновая система влажного озоления, с выбираемым оператором выходом микроволновой энергии от 0 Вт до 1000 Вт, снабженная датчиками температуры и давления и устройством охлаждения воздуха, оборудованная соответствующими сосудами емкостью 50 мл, заводского производства или эквивалентная.

м) Сосуды для разложения, изготовленные из нержавеющей стали, с пригнанными внутренними ПТФЭ, сосудами емкостью 23 мл с винтовыми крышками (сосуды ПТФЭ для аэрозольного влажного разложения), заводского производства или эквивалентные.

н) Сушильный шкаф, способный достигать температуры 150 °С (для сосудов, предназначенных для хранения проб или автоклавирования).

п) Пламенный атомный абсорбционный спектрометр, с воздушно-ацетиленовой горелкой, пригодный для измерений при различной длине волны: для определения содержания ионов кальция при 422,7 нм, натрия при 589,6 нм, калия при 766,5 нм и магния при 285,2 нм; оборудованный лампами с полыми съемными (сменными) катодами из определяемых элементов (литероносителей) или комбинированного типа.

р) Водяные термостаты, способные поддерживать температуру 20 °С ± 2 °С, 40 °С ± 1 °С, 45 °С ± 1 °С , 65 °С ± 1 °С.

с) Центрифуга, дающая радиальное ускорение 2500g (об/мин.), с пробирками емкостью не менее 150 мл.

т) Соответствующее устройство для измельчения.

у) Сито, не содержащее загрязняющий материал, с номинальным размером апертуры (отверстий) 0,5 мм.

7 Отбор проб

Проба, отправленная в лабораторию должна, быть представительна. Проба не должна быть повреждена или изменена при транспортировке или хранении.

Настоящий стандарт не устанавливает метод отбора проб. Отбор проб проводится по *ГОСТ 3622.*

Хранят испытуемую пробу таким образом, чтобы предотвратить порчу или изменение состава.

8 Приготовление испытуемой пробы

Предотвращают загрязнение испытуемой пробы.

8.1 Молоко и сыворотка

Помещают испытуемую пробу в водяной термостат, установленный на 20 °С и тщательно размешивают. Если в случае молока, жир неравномерно распределен, то медленно подогревают испытуемую пробу в водяном термостате, установленном на 40 °С. Перемешивают осторожно только по инверсии (в обратном порядке). Когда проба тщательно размешана, быстро охлаждают в водяном термостате, установленном на 20 °С.

8.2 Пахта

Снимают, по необходимости, гранулы масла. Сразу после взвешивания (9.1.1.1 или 9.1.2.1), помещают испытуемую пробу в водяной термостат, установленный на 20 °С и тщательно перемешивают.

8.3 Йогурт

Помещают испытуемую пробу в водяной термостат, установленный на 20 °С и тщательно перемешивают. Если сыворотка отделяется, энергично перемешивают пробу непосредственно после взвешивания (9.1.1.1 или 9.1.2.1).

8.4 Сливки

Помещают испытуемую пробу в водяной термостат, установленный на 20 °С. Размешивают или помешивают тщательно, но не энергично, во избежание возникновения пенообразования или сбивания масла. Если сливки очень густые, или если жир распределен неравномерно, подогревают пробу медленно в водяном термостате, установленном на 40 °С, для облегчения перемешивания. Охлаждают испытуемую пробу быстро в водяном термостате, установленном на 20 °С.

ПРИМЕЧАНИЕ Надежные результаты не могут прогнозироваться, если не получено достаточное перемешивание испытуемой пробы или если в испытуемой пробе не исключены признаки сбивания масла или другие отклонения.

8.5 Сухое молоко

Перемещают испытуемую пробу в контейнер объемом, почти дважды превышающим объем пробы, снабженный герметичной крышкой. Сразу закрывают контейнер. Молочный порошок тщательно размешивают, неоднократно встряхивая и переворачивая контейнер.

8.6 Масло

Вследствие возможного неоднородного распределения ионов в масле, они определяются в водной фазе.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание ионов в жировой фракции, полученной из масла описанным образом, является незначительным по сравнению с их содержанием в водной фазе и может не учитываться.

Взвешивают 100 грамм испытуемой пробы, с точностью до 0,1 грамма, в сухой центрифужной пробирке, предварительно взвешенной. Помещают пробирку в водяной термостат, установленный на 45 °С. Сразу после расплавления масла центрифугируют с радиальным ускорением 2500g (об/мин.).

При помощи пипетки, по возможности, удаляют слой чистого жира из пробирки. Добавляют 10 мл петролейного эфира (5.9) для растворения оставшегося слоя жира в пробирке и вновь пипеткой снимают жирно-эфирный слой. Повторяют добавление петролейного эфира и удаление жирно-эфирного слоя во второй раз.

Удаляют остатки петролейного эфира при помощи нагрева пробирки в водяном термостате, установленном на 65 °С. Охлаждают в водяном термостате, заранее установленном на 20 °С. Чистой бумажной салфеткой вытирают пробирку снаружи. Взвешивают пробирку и ее содержимое с точностью до 100 мг. Непосредственно после взвешивания испытуемой пробы тщательно перемешивают содержимое (9.1.1.1 или 9.1.2.1).

ПРИМЕЧАНИЕ Масло может также отбираться прямо, если применяется сухое озоление или аэрозольная микроволновая переработка, в которой масло подогревается до 30 °С, доводится до однородного состояния при помешивании и испытуемая проба отбирается непосредственно.

8.7 Сыр

Удаляют корку, жирный или плесневелый поверхностный слой сыра, таким образом, чтобы обеспечить испытуемую пробу, представляющую сыр в потребляемом виде. Измельчают испытуемую пробу соответствующим прибором. Быстро перемешивают всю массу и как можно быстрее измельчают массу вновь.

Если испытуемую пробу (например, мягкий сыр) невозможно измельчить, тщательно перемешивают всю пробу. Перекладывают предварительно обработанную пробу, или представительную часть ее, тотчас в контейнер с герметичной крышкой.

Анализируют испытуемую пробу безотлагательно, по возможности сразу после измельчения. Измельченный сыр, показывающий нежелательное увеличение в форме, или начинающий портиться сыр не должен исследоваться.

8.8 Казеины и казеинаты

8.8.1 Если большая часть испытуемой пробы достаточно мелкая для прохождения через сито, она может использоваться без измельчения. Перекладывают около 50 грамм просеянной испытуемой пробы в контейнер объемом, дважды превышающим объем пробы, снабженной герметичной крышкой.

Сразу закрывают контейнер. Перемешивают испытуемую пробу, тщательно встряхивая и неоднократно переворачивая контейнер.

8.8.2 Если большая часть испытуемой пробы недостаточно мелкая для прохождения через сито, измельчают около 50 грамм испытуемой пробы, до тех пор, пока она не будет проходить. Переносят всю просеянную испытуемую пробу в контейнер. Продолжают процедуру по 8.8.1.

9 Проведение испытаний

9.1 Испытуемая проба

ПРИМЕЧАНИЕ Если необходимо проверить соответствие требованиям сходимости, выполняют два однократных измерения в идентичных условиях.

9.1.1 Испытуемая проба для сухого озоления

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

Взвешивают 10 грамм подготовленной испытуемой пробы, с точностью до 1 мг, (8.1 – 8.4, 8.6) в кварцевом тигле.

9.1.1.2 Сухое молоко, сыр, казеин и казеинаты

Взвешивают 1 грамм подготовленной испытуемой пробы, с точностью до 1 мг, (8.5, 8.7, 8.8) в кварцевом тигле.

9.1.2 Испытуемая проба для влажной переработки

ПРИМЕЧАНИЕ Во избежание взрыва необходимо уделить особое внимание использованию системы, работающей под давлением (например, герметичной (аэрозольной) ПТФЭ упаковки для разложения или аэрозольной микроволновой влажной системы разложения). В частности, размер испытуемой пробы должен особенно тщательно соблюдаться. В сосуде влажного разложения емкостью около 25 мл, должно озоляться не более одной пробы, в соответствии с количеством сухого вещества 200 мг (общее количество пробы должно быть не более 1 грамм). Печь, в которой выполняется обработка, должна размещаться в вытяжном шкафу.

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

Взвешивают 0,5 грамм -1 грамм подготовленной испытуемой пробы, с точностью до1 мг, в микроволновом сосуде или ПТФЭ упаковке.

9.1.2.2 Сухое молоко, казеин, казеинат или сыр

Взвешивают 0,2 грамм - 0,5 грамм подготовленной испытуемой пробы, с точностью до 1 мг, в микроволновом сосуде или ПТФЭ упаковке.

9.2 Разложение органического вещества

9.2.1 Сухое озоление

Помещают кварцевый тигель (9.1.1.1 или 9.1.1.2) в регулируемую муфельную печь, установленную на комнатную температуру. Запускают программу нагрева печи, которая включает в себя этапы сушки и предварительного озоления, повышают температуру от 50 °С до 550 °С . Поддерживают температуру муфельной печи при температуре 550 °С в течение 6 часов.

Если полученная зола испытуемой пробы все еще имеет серый цвет после охлаждения, то растворяют золу в 1 мл раствора азотной кислоты (5.2). Продолжают процедуру сухого озоления, начиная ее повторно с самого начала по 9.2.1.

9.2.2 Мокрое озоление

9.2.2.1 Микроволновое озоление

Используют открытую специальную (9.2.2.1.1) или герметизированную (9.2.2.1.2) микроволновую систему мокрого озоления.

9.2.2.1.1 Открытая микроволновая система мокрого озоления

Применяют программу разложения, при помощи открытой микроволновой системы мокрого озоления, приведенную в Таблице 1.

ПРИМЕЧАНИЕ Такие параметры, как тип и объем реагента для добавления, микроволновая энергия и время распада могут изменяться в соответствии с типом и размером испытуемой пробы для анализа.

Таблица 1 – Открытая микроволновая система мокрого озоления. Программа разложения

Этап	Добавляемый реагент	Объем, мл	Энергия, Вт	Время, (мин.)
1	H_2O (дистил)	2	-	-
2	HNO_3	7	30	5
3	-	-	80	15
4	H_2O_2	1	60	5

9.2.2.1.2 Герметизированная микроволновая система мокрого озоления

Добавляют 3 мл раствора азотной кислоты (5.2) в микроволновый сосуд мокрого озоления затем его закрывают. Помещают сосуд в микроволновую печь. Применяют программу разложения с герметизированной системой, указанную в Таблице 2.

ПРИМЕЧАНИЕ Такие параметры, как тип и объем реагента для добавления, микроволновая энергия и время распада могут изменяться в соответствии с типом и размером испытуемой пробы для анализа.

Таблица 2 – Герметизированная микроволновая система озоления. Программа разложения

Этап	Начальная энергия Вт	Время (мин.)	Конечная энергия 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

Добавляют 3 мл раствора азотной кислоты (5.2) в сосуд для разложения, затем его закрывают. Помещают сосуд в печь, установленную на комнатную температуру. Повышают температуру печи до температуры не менее 150 °С в течение 3 часов.

9.3 ***Проведение спектрометрического анализа***

9.3.1 Приготовление испытуемого раствора

9.3.1.1 Сухое озоление

Растворяют полученную золу (9.2.1) в 1 мл раствора азотной кислоты (5.2). Содержимое тигля количественно перемещают в мерную колбу на 250 мл с одной меткой, промывая водой. Разбавляют водой до отметки 250 мл. Тщательно размешивают и продолжают процедуру разбавления по 9.3.1.3.

9.3.1.2 Влажное озоление

Охлаждают озоленный раствор (9.2.2) до комнатной температуры при понижении давления до атмосферного, затем его количественно перемещают в мерную колбу на

50 мл с одной меткой. Разбавляют водой до отметки 50 мл. Тщательно размешивают и продолжают процедуру разбавления (9.3.1.3).

9.3.1.3 Разбавление

В соответствии с типом испытуемой пробы и измеряемого иона, разбавляют (коэффициент разбавления, f_1) испытуемый раствор (9.3.1.1 или 9.3.1.2), перенося его при помощи микропипетки в требуемую мерную колбу с одной меткой. Добавляют объемную долю 10 процентов (одна десятая измеряемого объема колбы) раствора трихлорида лантана (5.3) при помощи градуированного мерного цилиндра. Разбавляют водой до отметки используемой мерной колбы.

9.3.2 Контрольная (холостая) проба

Параллельно с анализом испытуемой пробы готовят контрольную (холостую) пробу при использовании той же процедуры и такого же количества каждого добавленного реагента на этапах разложения (9.2) и определения (9.3).

9.3.3 Спектрометрическое измерение пламенной атомной абсорбцией

9.3.3.1 Регулирование спектрометра

Регулируют пламенный спектрометр и положение пламени в соответствии с рекомендациями изготовителя с тем, чтобы получить оптимальную точность и чувствительность. Спектрометр устанавливают на требуемую длину волны в зависимости от определяемого иона (анализируемого вещества).

9.3.3.2 Приготовление калибровочных растворов

Объемы и соответствующие концентрации приведены только для руководства. Отбирают их в рамках линейного диапазона конкретно используемого прибора (по меньшей мере, пять концентраций, а также нулевую).

Переносят, при помощи микропипетки, все объемы: 0 (нулевой); 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; и 5,0 мл стандартного рабочего раствора (5.8) в шесть мерных колб на 100 мл с одной меткой. Добавляют 10 мл раствора трихлорида лантана (5.3) в каждую колбу. Разбавляют водой до отметки 100 мл и перемешивают. Полученные калибровочные растворы приведены в Таблице 3.

Таблица 3 – Калибровочные растворы

№ колбы	Раствор ионов кальция, мг/л	Раствор ионов натрия, мг/л	Раствор ионов калия, мг/л	Раствор ионов 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
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

9.3.3.3 Калибровочные графики

Для каждого отдельного иона последовательно аспирируют нулевой раствор и пять калибровочных растворов, по три раза каждый раствор. Вычисляют среднюю величину значений абсорбции для каждой концентрации. Отнимают среднюю величину значения абсорбции нулевого раствора от средних величин значений абсорбции для каждой концентрации. По полученным значениям строят графики в координатах: величины абсолютной абсорбции – концентрации соответствующего иона.

ПРИМЕЧАНИЕ В зависимости от устройств приборов, вычитание можно выполнить также при помощи автоматического обнуления.

9.3.3.3 Измерение испытуемого раствора

Измеряют значения абсорбции испытуемого раствора (9.3.1) и контрольной (холостой) пробы (9.3.2) сразу после калибровочных измерений при тех же условиях для каждого иона. Разбавляют (коэффициент разбавления, f_2) испытуемый раствор нулевым раствором (9.3.3.2), если его значение абсорбции выше наивысшего значения абсорбции для калибровочных растворов. Добавляют в каждый раствор такое количество раствора трихлорида лантана (5.3), чтобы получить конечную объемную долю ее в растворе 10 %. Повторяют измерения. С целью проверки отклонения при измерении испытуемого раствора, измеряют один калибровочный раствор в конце серии для каждого иона.

Для каждого испытуемого раствора повторяют измерение трижды. Вычисляют среднее значение абсорбции. Вычитают из полученного среднего значения абсорбции для каждой испытуемой пробы среднюю величину абсорбции контрольной (холостой) пробы. Полученное таким образом поправленное среднее значение используют для определения содержания соответствующего иона по калибровочному графику (9.3.3.3).

10 Вычисление и выражение результатов

10.1 Вычисление

Вычисляют содержание иона, *w*, по формуле:

$$w = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times f_1 \times f_2 , \qquad (1)$$

где w – массовая доля иона (Ca^{2+}, Na^{+}, K^{+}, Mg^{2+}), выраженная в мг/г, в испытуемой пробе;

c – концентрация иона мг/г, в испытуемом растворе (9.3.1), определенная по калибровочному графику (9.3.3.3);

V – объем колбы в мл, в которую сухая зола (V = 250 мл) или озоленные растворы (V = 50 мл) перенесены количественно (9.3.1);

m – масса, в граммах, испытуемой пробы (9.1.1 или 9.1.2) (для масла, подставляют массу пробы масла, соответствующую массе пробы водной фазы, использованной при испытании, см. 8.6);

f_1 - коэффициент разбавления на этапе приготовления испытуемого раствора;

f_2 - коэффициент разбавления на этапе измерения испытуемого раствора.

10.2 Выражение результатов

Выражают результаты испытаний до третьего десятичного знака.

11 Точность

Значения предела сходимости и воспроизводимости получены из результатов межлабораторного испытания, выполненного в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-1* и *ГОСТ ИСО 5725-2* . Полный отчет испытания публикуется в [2].

Значения выражены для уровня доверительной вероятности 95 % и не могут применяться к иным диапазонам содержания и иной матрице, за исключением приведенных, в частности, для почти предельного содержания определяемого иона (см. пример случая с кислотой в Приложении А).

ПРИМЕЧАНИЕ В вышеупомянутом межлабораторном испытании испытуемые пробы были отобраны из одного раствора после минерализации параллельно и проанализированы методом эмиссионной пламенной фотометрии (далее - ЭПФ).

Из такого расчета и его результатов можно вывести следующее заключение:

а) Точные данные, за исключением калия, как правило, лучше для ЭПФ в сравнении с атомной абсорбционной спектрометрией (далее - ААС).

б) Оба метода дали сравнимые средние значения, которые незначительно выше для ЭПФ. Метод ААС, описанный в настоящем стандарте, считается точным.

в) Для практического применения оба определения ААС и ЭПФ считаются эквивалентными относительно их результатов.

11.1 Сходимость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами отдельного испытания, полученными при помощи применения одного метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании в рамках короткого интервала времени, не должна превышать, при уровне значимости 5 %:

а) Для натрия (Na^{+}) – 13 %.

б) Для калия (K^{+}) – 10 %.

в) Для кальция (Ca^{2+}) – 8 %.

г) Для магния (Mg^{2+}) – 8 %.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Каждое процентное содержание выражается относительно арифметического среднего результатов для натрия, калия, кальция и магния.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Уровень значимости – доля результатов измерений, для которых абсолютная погрешность может превышать заданную величину. Уровень значимости равен 100 % минус доверительная вероятность. Таким образом, уровень значимости 5 % соответствует доверительной вероятности 95 %.

11.2 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами отдельного испытания, полученными при помощи применения одного метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, не должна превышать, при уровне значимости 5 %:

а) Для натрия (Na^{+}) – 9 %.

б) Для калия (K^{+}) – 16 %.

в) Для кальция (Ca^{2+}) – 19 %.

г) Для магния (Mg^{2+}) – 13 %.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Каждое процентное содержание выражается относительно арифметического среднего результатов для натрия, калия, кальция и магния, соответственно.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Уровень значимости – доля результатов измерений, для которых абсолютная погрешность может превышать заданную величину. Уровень значимости равен 100 % минус доверительная вероятность. Таким образом, уровень значимости 5 % соответствует доверительной вероятности 95 %.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен устанавливать:

а) Всю информацию, требуемую для полной идентификации пробы;

б) Применяемый метод отбора проб, если он известен;

в) Используемый метод испытаний, вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

г) Все рабочие детали, не установленные в настоящем стандарте, или считаемые как дополнительные, вместе с деталями всех случаев, которые могут повлиять на результат (-ы);

д) Полученный результат испытаний, если проверена сходимость, то конечные полученные результаты с доверительным интервалом.

Приложение А
(информационное)

Межлабораторные испытания

Межлабораторные совместные испытания, включающие 8 – 13 лабораторий, выполнены на двух разных пробах каждого молочного продукта, приведенного в таблицах, содержащих различные массовые доли натрия, калия, кальция и магния. Испытание организовано MUVA, Кемптен, Германия.

При проведении статистического анализа в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-1* и *ГОСТ ИСО 5725-2* полечены результаты, приведенные в Таблицах А.1 – А. 4.

Таблица А.1 – Результат межлабораторного исследования для натрия

Проба	Количество лаборато-рий с достовер-ными результа-тами, (выбросы)	Среднее досто-верных результа-тов, г/кг	Стандарт-ное отклоне-н сходимос ти, S_r	Значение сходимос ти, $R = 2,8\ s_r$	Коэффиц иент измене-ния сходимос ти, CV(r) %	Станда ртное отклон ение воспро изводи мости, S_R	Значение воспроиз води-мости, $R = 2,8 s_R$	Коэффиц иент измене-ния воспроизв одимости, CV(R) %	$CV(R)_H$[a] %	Коэфф ициент Хорви-ца 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 сывороточно-го белка	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)	8,7	0,29	0,82	3,6	0,29	0,82	3,6	4,1	0,9
Порошок сыворотки	13	6,30	0,29	0,81	4,6	0,47	1,33	7,5	4,3	1,7
Казеин (кислота)	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 сублимационн ой сушки	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 изменения воспроизводимости $[(S_R/x) \times 100]$, вычисленный по уравнению Хорвица, т.е $CV(R)_H = 2^{(1-0,5\lg w)}$
где w это массовая доля (то есть 1 = 100 г/ (100г × 0,0001) = 1 г/кг)

[b] CV (R)/$CV(R)_H$ (См. [1]), с помощью коэффициента Хорвица проводится сравнение полученной точности проведенных измерений с точностью, предсказанной уравнением Хорвица для метода, применяемого для данного уровня значений анализируемого вещества.

Таблица А.2 – Результат межлабораторного исследования для калия

Проба	Количество лаборато-рий с достовер-ными результата ми (выбросы)	Среднее достовер --ных результа -тов г/кг	Стандарт ное отклонен ие сходимо сти, S_r	Значение сходимо сти, R = 2,8 S_r	Коэффиц иент измене-ния сходимо сти, CV(r) %	Стандарт-ное отклонение воспроизво -димости, S_R	Значе-ние воспр оизвод имост и, R=2,8 S_R	Коэфф ициен т измен ения воспр оизвод имост и, CV(r) %	$CV(R)_H$[a] %	Коэффиц иент Хорвица HorRat[b]
Контрольны й 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 сывороточно -го белка	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
Плавленный сыр I	11	3,52	0,16	0,45	4,5	0,19	0,53	5,3	4,7	1,1
Порошок сыворотки	13	23,5	0,6	1,6	2,4	1,2	3,4	5,2	3,5	1,5
Казеин (кислота)	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 сублимацион ной сушки	11(2)	1,13	0,06	0,18	5,5	0,10	0,28	8,9	5,6	1,6
Сухое обезжиренно е молоко	10	16,0	0,25	0,7	1,6	0,68	1,9	4,7	3,7	1,2

[a] коэффициент изменения воспроизводимости $[(S_R/x) \times 100]$, вычисленный по уравнению Хорвица, т.е $CV(R)_H = 2^{(1-0,5lgw)}$ где w это массовая доля (то есть 1 = 100 г/ (100г × 0,0001) = 1 г/кг)

[b] CV (R)/$CV(R)_H$ (См, [1]), с помощью коэффициента Хорвица проводится сравнение полученной точности проведенных измерений с точностью, предсказанной уравнением Хорвица для метода, применяемого для данного уровня значений анализируемого вещества.

Таблица А.3 – Результат межлабораторного исследования для кальция

Проба	Количеств о лаборато-рий с достове-рными результа-тами (выбросы)	Среднее достовер ных результа тов г/кг	Стандар тное отклоне-ние повторя-емости, S_r	Значени е повторяя -емости, R = 2,8 S_r	Коэффицие нт измене-ния сходимости , CV(r) %	Стандар тное отклоне ние воспрои зво-димости, S_R	Значе-ние воспр оизво димос ти, R = $2,8S_R$	Коэффицие нт изменения воспроизво димости, CV(r) %	$CV(R)_H$[a] %	Коэффиц иент Хорвица HorRat[b]
Контрольны й 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 сывороточно -го белка	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

Таблица А.3 – Результат межлабораторного исследования для кальция

(продолжение)

Проба	Количество лаборато-рий с достове-рными результа-тами (выбросы)	Среднее достове рных результ атов г/кг	Стандар тное отклоне-ние повторя-емости, S_r	Значение повторяя -емости, R = 2,8 S_r	Коэффи циент измене-ния сходимо сти, CV(r) %	Стандартно е отклонение воспроизво -димости, S_R	Значе-ние воспр оизво димос ти, R = 2,8S_R	Коэффициен нт изменения воспроизво димости, CV(r) %	CV(R) $_H$[a] %	Коэффиц иент Хорвица HorRat[b]
Плавленный сыр I	11(2)	4,04	0,06	0,18	1,6	0,26	0,72	6,4	13,0	0,5
Порошок сыворотки	12(1)	4,82	0,36	1,0	5,5	0,38	1,1	7,9	4,5	1,8
Казеин (кислота)	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 сублимацио нной сушки	12(1)	11,7	0,2	0,61	1,8	0,7	2,0	6,1	11,1	0,5
Сухое обезжиренно е молоко	12(1)	12,9	0,2	0,69	1,9	0,9	2,4	6,7	3,8	1,7

[a] коэффициент изменения воспроизводимости $[(S_R/x) \times 100]$, вычисленный по уравнению Хорвица, т.е $CV(R)_H = 2^{(1-0,5lgw)}$ где w это массовая доля (то есть 1 = 100 г/ (100г × 0,0001) = 1 г/кг)

[b] CV (R)/$CV(R)_H$ (См. [1]), с помощью коэффициента Хорвица проводится сравнение полученной точности проведенных измерений с точностью, предсказанной уравнением Хорвица для метода, применяемого для данного уровня значений анализируемого вещества.

Таблица А.4 – Результат межлабораторного исследования для магния

Проба	Количество лаборато-рий с достовер-ными результа-тами (выбросы)	Среднее достовер ных резуль татов г/кг	Стандарт ное отклонен ие сходимос ти, S_r	Значение сходимос ти, R = 2,8 S_r	Коэффици ент изменения сходимост и, CV(r) %	Станда -ртное откло-нение воспроиз водимост и, S_R	Значени е воспрои зводим ости, R = 2,8S_R	Коэффицие нт изменения воспроизво димости, CV(r) %	CV(R)$_H$[a] %	Коэф-ициент Хорвица HorRat[b]
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 сывороточног о белка	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
Плавленный сыр I	13(1)	0,225	0,006	0,017	2,5	0,008	0,02	3,5	7,1	0,5
Порошок сыворотки	13	1,14	0,02	0,06	1,9	0,05	0,14	4,3	5,5	0,9
Казеин (кислота)	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 сублимацион ной сушки	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

[a] коэффициент изменения воспроизводимости $[(S_R/x) \times 100]$, вычисленный по уравнению Хорвица, т.е $CV(R)_H = 2^{(1-0,5lgw)}$ где w это массовая доля (то есть 1 = 100 г/ (100г × 0,0001) = 1 г/кг)

[b] CV (R)/$CV(R)_H$ (См. [1]), с помощью коэффициента Хорвица проводится сравнение полученной точности проведенных измерений с точностью, предсказанной уравнением Хорвица для метода, применяемого для данного уровня значений анализируемого вещества.

Библиография

[1] Хорвиц, В. Оценка аналитических методов для регламента пищевых продуктов и лекарств. Анал. Хим. 1982, 54, 67А-76А

[2] Карл, М., Ноел, Л. Отчет по совместному исследованию. Булл. IDF (на стадии приготовления).

УДК 351.773.137.127.6 **МКС 67.100.10**

Ключевые слова: Содержание кальция, натрия, калия и магния

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) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru