

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO
9233-1

IDF
140-1

Первое издание
2007-12-15

Сыры, сырные корки и плавленые сыры. Определение содержания натамицина.

Часть 1. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции для сырных корок

Cheese, cheese rind and processed cheese — Determination of natamycin content —

Part 1: Molecular absorption spectrometric method for cheese rind

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R (Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочные номера
ISO 9233-1:2007(R)
IDF 140-1:2007(R)

© ISO и IDF 2007

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9233-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04c2d771-12a3-4fca-b141-a50b599a9e2e/iso-9233-1-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2007

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

International Dairy Federation
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Brussels
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Предисловие	v
1 Область применения	1
2 Термины и определения	1
3 Принцип	1
4 Реактивы	2
5 Аппаратура	2
6 Отбор проб	3
7 Приготовление пробы для испытания	3
7.1 Сырная корка	3
7.2 Внутренняя часть сыра	3
8 Методика	4
8.1 Проба для анализа	4
8.2 Приготовление испытуемого раствора	4
8.3 Определение	5
9 Расчет и выражение результатов	6
9.1 Расчет массовой доли натамицина	6
9.2 Расчет оптической плотности	6
9.3 Расчет массы натамицина на единицу площади поверхности	7
9.4 Поправка, вводимая в результат	7
9.5 Выражение результатов	7
10 Прецизионность	8
10.1 Межлабораторные испытания	8
10.2 Повторяемость	8
10.3 Воспроизводимость	8
11 Протокол испытания	8
Приложение А (информативное) Примеры	9
Приложение В (информативное) Результаты межлабораторного испытания	13
Библиография	14

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 9233-1|IDF 140-1 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

Настоящее первое издание ISO 9233-1|IDF 140-1 вместе с ISO 9233-2|IDF 140-2 отменяет и заменяет первое издание ISO 9233:1991, которое было подвергнуто техническому пересмотру.

ISO 9233|IDF 140 состоит из следующих частей под общим заголовком *Сыры, сырники корки и плавленые сыры. Определение содержания натамицина*:

- *Часть 1. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции для сырных корок*
- *Часть 2. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для сыров, сырных корок и плавленых сыров*

Предисловие

Международная федерация молочной промышленности (IDF) является всемирной федерацией предприятий молочной отрасли, каждый член которой представлен в ней своим национальным комитетом. Каждый национальный комитет имеет право быть представленным в Постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Проекты международных стандартов, принятые Рабочими группами и Постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам для голосования. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 9233-1|IDF 140-1 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

Вся работа была проведена под руководством совместной ISO-IDF Рабочей группы по *Отдельным пищевым добавкам и витаминам*, Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения содержания добавок и загрязняющих примесей* под руководством руководителя проекта м-ра М. Карла (Германия).

ISO 9233-1:2007

Настоящее первое издание ISO 9233-1|IDF 140-1 вместе с ISO 9233-2|IDF 140-2 отменяет и заменяет первое издание IDF 140A:1992, которое было подвергнуто техническому пересмотру.

ISO 9233|IDF 140 состоит из следующих частей под общим заголовком *Сыры, сырники корки и плавленые сыры. Определение содержания натамицина*:

- *Часть 1. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции для сырных корок*
- *Часть 2. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для сыров, сырных корок и плавленых сыров*

Сыры, сырныe корки и плавленые сыры. Определение содержания натамицина.

Часть 1. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции для сырных корок

1 Область применения

Настоящая часть ISO 9233|IDF 140 устанавливает метод определения в сырных корках массовой доли натамицина свыше 0,5 мг/кг и массы натамицина на единицу площади поверхности свыше 0,03 мг/дм².

ПРИМЕЧАНИЕ Этот метод также может быть пригоден для обнаружения миграции натамицина внутрь сыра.

2 Термины и определения

Применительно к настоящему документу применяются следующие термины и определения.

2.1 содержание натамицина natamycin content

массовая доля веществ, определенных в соответствии с методикой, установленной в данной части ISO 9233|IDF 140

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание натамицина выражают в миллиграммах на килограмм.

2.2 масса натамицина на единицу площади поверхности в сырной корке

масса на единицу площади поверхности веществ, определенных в соответствии с методикой, установленной в данной части ISO 9233|IDF 140

ПРИМЕЧАНИЕ Массу натамицина на единицу площади поверхности выражают в миллиграммах натамицина на квадратный дециметр сырной корки.

2.3 сырная корка cheese rind

наружный слой сыра толщиной 5 мм, за исключением слоя покрытия, если оно присутствует

3 Принцип

Экстрагируют метанолом известное количество пробы. Разбавляют экстракт водой с последующим охлаждением до температуры от -15°C до -20°C для осаждения большей части жира, а затем фильтруют. Определяют в фильтрате (при необходимости после концентрирования) содержание натамицина или массу натамицина на единицу площади поверхности с помощью молекулярной абсорбционной спектрометрии.

4 Реактивы

Используют только реактивы признанного аналитического качества, если не оговорено иначе, а также только дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Метанол (CH₃OH).

4.2 Метанол, водный раствор.

Смешивают 2 объема метанола (4.1) и 1 объем воды.

4.3 Стандартные растворы натамицина.

4.3.1 Стандартный основной раствор натамицина, концентрацией 500 мг/л.

Непосредственно перед использованием растворяют в метаноле (4.1) количество препарата с известным содержанием натамицина, соответствующее 50 мг чистого натамицина (C₃₃H₄₇NO₁₃), в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл (5.1). Доводят до метки водой и перемешивают.

4.3.2 Стандартный рабочий раствор натамицина, концентрацией 5 мг/л.

Отбирают пипеткой 5,0 мл стандартного основного раствора натамицина (4.3.1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 мл (5.1). Разбавляют до метки водным раствором метанола (4.2) и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5,0 мл разбавленного таким образом раствора в другую мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 мл (5.1). Разбавляют до метки водным раствором метанола (4.2) и перемешивают. Концентрация этого стандартного рабочего раствора натамицина составляет 5 мкг/мл.

Эта концентрация должна быть близкой к концентрации испытуемого раствора, измеренной в 8.3.3. При необходимости регулируют концентрацию этого стандартного рабочего раствора путем отбора пипеткой и разбавления другого количества основного раствора.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.1 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 50 мл и 100 мл.

5.2 Ломтерезка или **аналогичное устройство**, способное нарезать ломтики сыра толщиной 5 мм и шириной примерно 30 мм (пример показан на Рисунке А.1).

5.3 Ломтерезка для тонкой нарезки, способная нарезать тонкие ломтики сыра максимальной толщиной 1 мм (пример показан на Рисунке А.2).

5.4 Измельчитель или **смеситель**.

5.5 Острый нож, способный разрезать ломтики сыра на небольшие кусочки.

5.6 Магнитная мешалка или **аппарат для встряхивания**.

5.7 Конические колбы, вместимостью 100 мл и 200 мл, изготовленные из цветного стекла и снабженные притертыми стеклянными пробками.

5.8 Шприцы, одноразовые, вместимостью 10 мл.

5.9 Мембранные микрофильтры, с размером пор от 0,20 мкм до 0,45 мкм, стойкие к воздействию спиртовых растворов.

5.10 Складчатые бумажные фильтры, быстрофильтрующие, диаметром 150 мм [например, S и S, No. 595 1/2¹].

5.11 Воронка, диаметром приблизительно 70 мм.

5.12 Морозильная камера, способная замораживать при температуре от –15 °С до –20 °С.

5.13 Экстракционные гильзы, для концентрирования, при необходимости, отфильтрованного экстракта [например, Sep-pack C18¹) или Waters No. 51910¹].

5.14 Спектрометр, пригодный для регистрации ультрафиолетовой (УФ) области спектра при длинах волн от 300 нм до 340 нм, снабженный кюветами с длиной оптического пути 10 мм и регистрирующим устройством.

5.15 Банка для хранения пробы, подходящей вместимости.

6 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Ее не следует подвергать порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не рассматривается в методе, установленном в данной части ISO 9233|IDF 140. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50.

Лабораторная проба должна составлять целую головку сыра или ее сегмент, представляющий целую головку.

7 Приготовление пробы для испытания

7.1 Сырная корка

При необходимости разрезают пробу для испытания на сектора или более мелкие части так, чтобы ширина сырной корки была не более 30 мм. С помощью ломтерезки (5.2) отделяют всю корку от всех полученных секторов или частей, нарезая ломтиками максимальной толщиной 5 мм.

Из полученной корки вырезают с помощью острого ножа (5.5) прямоугольный кусок площадью от 2 дм² до 4 дм². Определяют площадь его поверхности, в квадратных дециметрах, и массу, в килограммах.

Тщательно измельчают (5.4) всю корку, включая взвешенный и измеренный кусок, и хорошо перемешивают. Сразу же переносят приготовленную таким образом пробу в банку для хранения пробы (5.15).

После приготовления каждой пробы для испытания очищают все инструменты, которые находились в контакте с пробой, горячей водой, а затем метанолом (4.1). Тщательно сушат весь инструмент, например, струей сжатого воздуха.

7.2 Внутренняя часть сыра

После удаления корки (7.1) используют ломтерезку для тонкой нарезки (5.3) для получения ломтика максимальной толщиной 1 мм со всего наружного среза пробы для испытания.

Нарезают все ломтики сыра на мелкие куски площадью приблизительно 50 мм² и хорошо перемешивают. Сразу же переносят приготовленную таким образом пробу в банку для хранения пробы (5.15).

1) Пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данной части ISO 9233|IDF 140 и не означает одобрения этого продукта со стороны ISO или IDF.

После приготовления каждой пробы для испытания очищают все инструменты, которые находились в контакте с пробой для испытания, горячей водой, а затем метанолом (4.1). Тщательно сушат весь инструмент, например, струей сжатого воздуха.

8 Методика

8.1 Проба для анализа

8.1.1 Сырная корка

Взвешивают с точностью до 10 мг приблизительно 10,00 г пробы для испытания (7.1) в коническую колбу вместимостью 200 мл (5.7).

8.1.2 Внутренняя часть сыра

Взвешивают с точностью до 10 мг приблизительно 5,00 г пробы для испытания (7.2) в коническую колбу вместимостью 100 мл (5.7).

8.2 Приготовление испытуемого раствора

8.2.1 Сырная корка

8.2.1.1 Первоначальные стадии

Добавляют 100 мл метанола (4.1) к пробе для анализа в конической колбе (8.1.1). Перемешивают содержимое конической колбы в течение 90 мин на магнитной мешалке (5.6) или встряхивают в течение 90 мин в аппарате для встряхивания (5.6).

Добавляют 50 мл воды. Сразу же переносят коническую колбу в морозильную камеру (5.12) приблизительно на 60 мин.

8.2.1.2 Фильтрация

Фильтруют холодный экстракт через складчатый бумажный фильтр (5.10), отбрасывая первые 5 мл фильтрата. Фильтрация следует проводить, пока суспензия остается еще холодной, чтобы избежать растворения жира и, следовательно, образования мутных фильтратов.

Доводят фильтрат до комнатной температуры. С помощью шприца (5.8) отбирают порцию фильтрата. Фильтруют через мембранный микрофильтр с размером пор 0,45 мкм (5.9), а затем через мембранный микрофильтр с размером пор 0,20 мкм (5.9).

Минимальное требуемое количество испытуемого раствора (фильтрата) составляет 3 мл для прямого измерения (8.3.3) и 25 мл или 50 мл для измерения при 5- или 10-кратной концентрации (8.3.4) соответственно.

8.2.2 Внутренняя часть сыра

8.2.2.1 Первоначальные стадии

С помощью измерительного цилиндра добавляют 50 мл метанола (4.1) к пробе для анализа в конической колбе (8.1.2). Перемешивают содержимое конической колбы в течение 90 мин на магнитной мешалке (5.6) или встряхивают в течение 90 мин в аппарате для встряхивания (5.6).

С помощью измерительного цилиндра добавляют 25 мл воды. Сразу же переносят коническую колбу в морозильную камеру (5.12) приблизительно на 60 мин.

8.2.2.2 Фильтрование

Фильтруют раствор, как описано в 8.2.1.2.

8.3 Определение

8.3.1 Определение и пределы обнаружения

Лаборатория, которая применяет данный метод, должна установить пределы обнаружения и провести определение в собственных инструментальных условиях, используя признанные методы расчета, для верификации того, что натамицин может быть определен при концентрациях вплоть до 0,5 мг/кг и 0,03 мг/дм².

8.3.2 Оптическая плотность в УФ-области спектра стандартного рабочего раствора натамицина

Записывают спектр стандартного рабочего раствора натамицина (4.3.2) в диапазоне длин волн от 300 нм до 340 нм. Измеряют оптическую плотность натамицина в его максимуме приблизительно при 317 нм, минимуме приблизительно при 311 нм и точно при 329 нм. Используют водный метанол (4.2) в качестве контрольного раствора.

Пример спектра стандартного рабочего раствора натамицина показан на Рисунке А.3.

Поскольку натамицин не устойчив в водном метаноле, выполняют измерение как можно быстрее.

8.3.3 Испытуемый раствор

Записывают спектр испытуемых растворов (8.2.1.2 или 8.3.4.2 и 8.2.2.2), используя водный метанол (4.2) в качестве контрольного раствора в диапазоне длин волн от 300 нм до 340 нм. Кроме того, записывают в том же диапазоне спектр испытуемого раствора сырной корки (8.2.1.2 или 8.3.4.2), используя испытуемый раствор внутренней части сыра (8.2.2.2) в качестве контрольного раствора.

Записывают оптическую плотность испытуемого раствора сырной корки (8.2.1.2 или 8.3.4.2), используя испытуемый раствор внутренней части сыра (8.2.2.2) в качестве контрольного раствора, в его максимуме приблизительно при 317 нм, минимуме приблизительно при 311 нм и точно при 329 нм. Примеры спектра испытуемого раствора показаны на Рисунке А.4.

Если содержание натамицина в испытуемой пробе (7.1) настолько мало, что его обнаружение невозможно или почти невозможно (соотношение сигнал/шум менее 3), а определение тем не менее необходимо, следуют методике, указанной в 8.3.4.

ПРИМЕЧАНИЕ Присутствие в сыре специй, особенно перца, может оказывать влияние на результат, что также может вызывать видимое искажение кривой поглощения. Примеры спектра различных испытуемых растворов сыра приведены на Рисунке А.4.

8.3.4 Низкое содержание натамицина

8.3.4.1 Концентрирование

Решают вопрос о необходимости использования приблизительно 5- или 10-кратной концентрации. Основывают это решение на результате, полученном в 8.3.3, и на требуемом пределе определения.

Затем отбирают пипеткой 25 мл или 50 мл (для 5- или 10-кратной концентрации соответственно) испытуемого раствора (8.2.1.2) в химический стакан. В зависимости от требуемой концентрации добавляют 50 мл или 100 мл воды соответственно и перемешивают.

Активируют экстракционную гильзу (5.13), используя от 3 мл до 5 мл метанола (4.1). Затем промывают 10 мл воды.