
**Молоко и молочные продукты.
Определение содержания свинца.
Спектрометрический метод атомной
абсорбции с применением графитовой
печи**

iTeh STA *Milk and milk products — Determination of lead content — Graphite
furnace atomic absorption spectrometric method*
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 6733:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-
ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006)

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



Ссылочные номера
ISO/TS 6733:2006(R)
IDF/RM 133:2006(R)

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/TS 6733:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2006

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
Введение	vi
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	3
7 Отбор проб	4
8 Подготовка пробы для испытания	4
9 Методика	4
9.1 Сухое озоление	4
9.2 Минерализация в закрытом сосуде (бомба для минерализации)	5
9.3 Измерения	6
10 Расчет и выражение результатов	8
10.1 Автоматизированный расчет	8
10.2 Расчет с помощью калибровочного графика	9
10.3 Расчет с помощью стандартных добавлений	9
10.4 Выражение результатов	10
11 Прецизионность	10
11.1 Межлабораторное испытание	10
11.2 Повторяемость	10
11.3 Воспроизводимость	10
12 Протокол испытания	11
Приложение А (информативное) Межлабораторные испытания	12
Приложение В (информативное) Применимость сухого озоления в качестве методики минерализации	14
Библиография	15

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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, приведенным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимавших участие в голосовании

При других обстоятельствах, особенно когда существует срочная потребность рынка в таких документах, технический комитет может принять решение о публикации других типов нормативного документа:

- общедоступные технические условия ISO (ISO/PAS) представляют собой соглашение между техническими экспертами в рабочей группе ISO и принимаются к публикации после одобрения более чем 50 % членов основного комитета, участвующих в голосовании;
- технические условия ISO (ISO/TS) представляют собой соглашение между членами технического комитета и принимаются к публикации после одобрения 2/3 членов комитета, участвующих в голосовании.

Документы ISO/PAS или ISO/TS рассматриваются спустя три года для принятия решения, в соответствии с которым они либо утверждаются на последующие три года, либо пересматриваются и преобразовываются в международный стандарт, либо аннулируются. Если документ ISO/PAS или ISO/TS одобряется, то он пересматривается снова через три года, в течение которых документ должен быть либо преобразован в международный стандарт, либо аннулирован.

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 таких патентных прав.

ISO/TS 6733|IDF/RM 133 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.

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.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. 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.

При других обстоятельствах, особенно при наличии срочных требований рынка к подобным документам, Постоянный комитет может принять решение о публикации другого типа нормативного документа, называемого IDF:*Пересмотренный метод*. Такой документ представляет собой соглашение между членами Постоянного комитета и принимается для одного или всех патентных прав.

ISO/TS 6733|IDF/RM 133 подготовлен Международной федерацией публикации в том случае, если его одобрили, по меньшей мере, 50 % национальных комитетов, принимающих участие в голосовании. *Пересмотренный метод* идентичен документу ISO/PAS или ISO/TS и поэтому также публикуется совместно в условиях ISO.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена совместной Рабочей группой ISO-IDF *Второстепенные соединения*, Постоянного комитета *Второстепенные компоненты и определение физических свойств*, под руководством руководителя проекта, д-ра Г. Эллена (Нидерланды) (NL).

Настоящее издание ISO/TS 6733|IDF/RM 133 отменяет и заменяет IDF 133A:1992, который был подвергнут техническому пересмотру.

Введение

Метод, описанный в первом издании IDF 133A:1992, не отвечал современным требованиям, был основан на другой методике, а также не удовлетворял требованиям действующего международного стандарта. Новое межлабораторное испытание усовершенствованного метода, как описано в данных Технических условиях (Пересмотренный метод), было организовано в 2004 году в соответствии с ISO 5725-1 и ISO 5725-2. Однако требования к достоверному испытанию не были выполнены из-за выбросов, недостатка участников и ошибок при использовании метода.

Чтобы оказать поддержку этому методу, который используют некоторые лаборатории, эксперты решили опубликовать его в виде Технических условий ISO и Пересмотренного метода IDF, а не международного стандарта.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 6733:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006>

Молоко и молочные продукты. Определение содержания свинца. Спектрометрический метод атомной абсорбции с применением графитовой печи

1 Область применения

Настоящие Технические условия описывают метод количественного определения содержания общего свинца в молоке и молочных продуктах.

Предел обнаружения метода, определенный как трехкратное среднеквадратическое отклонение при контрольном определении, равен 0,001 мг/кг для жидких продуктов и 0,01 мг/кг для твердых продуктов, если используется сухое озоление. При мокрой минерализации под давлением эти значения такие же для проб для анализа, содержащих 0,2 г сухого вещества. В случае микроволновой минерализации используют пробы для анализа большей массы, но пределы обнаружения будут соответственно ниже.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*

ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 6732:1985, *Молоко и молочные продукты. Определение содержания железа. Спектрометрический метод (Контрольный метод)¹⁾*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание свинца lead content

массовая доля вещества, определенная по методике, установленной в настоящих Технических условиях

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание свинца выражается в миллиграммах на килограмм пробы.

¹⁾ Эквивалентен IDF 103A.

4 Принцип

Минерализуют пробу для анализа в результате программируемого сухого озоления под действием серной кислоты в качестве средства для ускорения озоления. Альтернативно ее минерализуют в результате либо мокрой минерализации под давлением под действием азотной кислоты в тefлоновом или кварцевом сосуде, либо микроволновой мокрой минерализации. Растворяют золу в разбавленной азотной кислоте или выпаривают досуха гидролизат, полученный в результате мокрой минерализации, и растворяют остаток в разбавленной азотной кислоте. Измеряют атомное поглощение результирующего раствора при длине волны 283,3 нм в атомном абсорбционном спектрометре, оснащенный графитовой печью и системой Зеемановской или дейтериево-дуговой коррекции фона. Определяют содержание по калибровочному графику или методом стандартных добавлений.

5 Реактивы

Если не оговорено иначе, все реактивы и растворители должны быть аналитической (AR) чистоты.

5.1 Вода, двойной перегонки или аналогичной чистоты, соответствующая требованиям ISO 3696, класс 2.

5.2 Концентрированная азотная кислота (HNO_3), $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл, для очистки.

5.3 Концентрированная азотная кислота (HNO_3), $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл, Merck "Suprapur"²⁾ или эквивалентная.

5.4 Концентрированная серная кислота (H_2SO_4), $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ г/мл, Merck "Suprapur"²⁾ или эквивалентная.

5.5 Раствор серной кислоты, 20 % (массовая/объемная доля).

Разбавляют 130 мл концентрированной серной кислоты (5.4) водой до 1 000 мл.

5.6 Матричные модификаторы.

5.6.1 Растворяют 2,0 г дигидроортофосфата аммония ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) (Baker "Ultrex")²⁾ и 0,17 г нитрата магния [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] (Merck "Suprapur") в воде. Разбавляют до 100 мл.

Пригодные растворы имеются также в продаже [например, Perkin-Elmer No. B019-0634²⁾ (1 %-ный раствор Mg) и No. N930-3445 (10 %-ный раствор $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)].

5.6.2 Смешивают 200 мкл раствора, содержащего 1 % Pd (в виде нитрата, например, Perkin-Elmer No. B019-0635)²⁾, и 20 мкл раствора, содержащего 1 % Mg (в виде нитрата, например, Perkin-Elmer No. B019-0634)²⁾, с 1,67 мл воды и 2 каплями азотной кислоты (5.3).

5.7 Концентрированный стандартный раствор свинца, $c(\text{Pb}) = 100$ мг/л.

Растворяют 159,9 мг нитрата свинца [$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$] в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1 000 мл (6.4). Добавляют 10 мл концентрированной азотной кислоты (5.3). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Хранят раствор в склянке из боросиликатного стекла с притертой стеклянной пробкой.

ПРИМЕЧАНИЕ В качестве альтернативы может использоваться имеющийся в продаже стандартный раствор, например, Merck Titrisol 9969²⁾.

²⁾ Baker "Ultrex", Merck "Suprapur" и растворы Titrisol и Perkin-Elmer — это примеры продуктов, имеющих в продаже. Эта информация приводится для удобства пользователей этих Технических условий и не означает одобрения этих продуктов со стороны ISO или IDF.

5.8 Стандартный раствор свинца, $c(\text{Pb}) = 1$ мг/л.

Отбирают пипеткой 1,0 мл концентрированного стандартного раствора свинца (5.7) в мерную колбу вместимостью 100 мл (6.4). Добавляют 1 мл концентрированной азотной кислоты (5.3). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Хранят раствор в полиэтиленовой колбе (6.6) с навинчивающимся колпачком.

5.9 Рабочие стандартные растворы свинца.

Отбирают пипеткой 0 мл, 0,50 мл, 1,0 мл, 2,0 мл и 3,0 мл соответственно стандартного раствора свинца (5.8) в мерные колбы с одной меткой вместимостью 100 мл (6.4). Добавляют 1 мл азотной кислоты (5.3). Разбавляют до метки водой и перемешивают. Готовят рабочие стандартные растворы свинца каждую неделю.

ПРИМЕЧАНИЕ Эти рабочие стандартные растворы свинца имеют концентрации 0,0 мкг/л, 5,0 мкг/л, 10,0 мкг/л, 20,0 мкг/л и 30,0 мкг/л свинца соответственно.

Хранят рабочие стандартные растворы свинца не более одной недели в полиэтиленовых колбах (6.6) с навинчивающимися колпачками.

5.10 Азот или аргон высшей степени очистки.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Тигли и стеклянная лабораторная посуда, очищенная следующим образом.

Промывают и ополаскивают водопроводной водой, затем ополаскивают дистиллированной водой. Замачивают в 10 %-ной (массовая доля) концентрированной азотной кислоте (5.2) в течение, по меньшей мере, 12 ч. Перед использованием трижды ополаскивают водой двойной перегонки. Дают возможность высохнуть и хранят очищенные таким образом тигли и стеклянную лабораторную посуду в беспыльных условиях.

6.2 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 0,1 мг.

6.3 Кварцевые тигли, плоскодонные, с крышками (колпачками), вместимостью приблизительно от 25 мл до 50 мл.

6.4 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 10 мл, 100 мл и 1 000 мл, с притертыми стеклянными пробками.

6.5 Пипетки с одной меткой, вместимостью 1 мл, 2 мл и 10 мл.

6.6 Полиэтиленовые колбы, вместимостью 100 мл, с навинчивающимися колпачками.

6.7 Дозировочные пипетки, с регулируемым объемом от 50 мкл до 250 мкл, от 250 мкл до 1 000 мкл и от 1 000 мкл до 5 000 мкл, с пластиковыми кончиками.

6.8 Муфельная печь, с программируемой температурой приблизительно до 800 °С, футеровка которой имеет низкое содержание свинца (например, кварц).

Регулярно нагревают муфельную печь (например, раз в две недели) до температуры от 700 °С до 800 °С.

6.9 Оборудование для мокрой минерализации под давлением, такое как традиционный источник нагрева или источник нагрева токами сверхвысокой частоты с сосудами для минерализации из материалов, не содержащих загрязнителей.

6.10 Печь, способная работать при $150\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

6.11 Нагревательная плитка, с регулируемым термостатом.

6.12 Атомный абсорбционный спектрометр, оборудованный электротермическим распылителем (графитовая печь), Зеемановской системой или дейтериево-дуговой коррекции фона, автоматическим пробоотборником с кюветами для проб, принтером или регистрирующим устройством, лампой с полым катодом или без электродной газоразрядной лампой для свинца, графитовыми трубками, платформами Львова (L'vov platforms), если необходимо, и т.д.

7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707 | IDF 50.

8 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания из различных видов продукта в соответствии с ISO 6732:1985, 8.1. Предотвращают любое загрязнение свинцом.

9 Методика

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f429691-dcb0-4d5e-b6d2-ca70b8a1b20a/iso-ts-6733-2006>

9.1 Сухое озоление

9.1.1 Проба для анализа

Взвешивают в кварцевом тигле (6.3) с точностью до 1 мг приблизительно 1 г пробы для испытания для сухих продуктов или от 5 г до 10 г пробы для испытания для влажных продуктов. Добавляют к пробе сухих продуктов от 2 мл до 3 мл воды для получения густой пасты. Добавляют к любой пробе для анализа 2 мл раствора серной кислоты (5.5). Осторожно перемешивают стеклянной палочкой. Ополаскивают стеклянную палочку небольшим количеством воды.

ПРИМЕЧАНИЕ Добавляют серную кислоту для предотвращения потерь свинца. Однако, как показал опыт, такое добавление кислоты не является необходимым, если озоление выполняют при программировании температуры и максимальная температура не превышает (500–550) °C.

9.1.2 Озоление

Помещают кварцевый тигель на нагревательную плитку (6.11) и выпаривают содержимое досуха. Если реакция протекает слишком интенсивно, прерывают нагрев. Продолжают нагрев до тех пор, пока больше не образуется белый дым триоксида серы.

Переносят тигель в муфельную печь (6.8). Повышают температуру печи приблизительно на 50 °C в час, начиная с комнатной температуры и до тех пор, пока она не достигнет 300 °C, а затем поддерживают эту температуру в течение 2 ч. Потом снова повышают температуру печи приблизительно на 50 °C в час примерно до 550 °C. Выдерживают тигель с содержимым при этой температуре примерно в течение 6 ч.

Вынимают тигель из печи и оставляют для охлаждения. Увлажняют золу 1 мл воды и 1 мл азотной кислоты (5.3). Используют нагревательную плитку (6.11) для выпаривания содержимого кварцевого тигля досуха.

Затем возвращают тигель снова в муфельную печь (6.8), температура которой тем временем понизилась от 550 °С до приблизительно 350 °С. Снова повышают температуру печи до 550 °С. Выдерживают печь при этой температуре в течение 30 мин. Повторяют этот процесс до тех пор, пока зола в тигле не будет свободной от углерода (не станет белой).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Помещают нагревательную плитку и муфельную печь в вытяжной шкаф, поскольку при разложении выделяются серная кислота и пары оксида азота. В любом случае при переносе тиглей в другое место или хранении их между манипуляциями накрывают тигли крышками.

9.1.3 Испытуемый раствор

Добавляют 1,0 мл воды и 0,5 мл азотной кислоты (5.3) к содержимому кварцевого тигля. Осторожно нагревают тигель на плитке (6.11) до растворения золы. Количественно переносят содержимое тигля в мерную колбу с одной меткой вместимостью 10 мл (6.4). Разбавляют до метки водой. Хорошо перемешивают и выполняют измерения.

9.1.4 Контрольный опыт

Выполняют все этапы, описанные в 9.1.1 – 9.1.3 включительно, но опускают пробу для анализа.

9.2 Минерализация в закрытом сосуде (бомба для минерализации)

9.2.1 Проба для анализа

Взвешивают в тефлоновом сосуде для минерализации (6.9) с точностью до 0,1 мг 1 г пробы для испытания для жидких продуктов или 0,2 г пробы для испытания для твердых продуктов. Если применимо, регулируют количество пробы для анализа жидкого продукта таким образом, чтобы она содержала не более 0,2 г органических веществ.

Такие количества применяют в случае сосуда для минерализации вместимостью 23 мл. Адаптируют эти количества пробы для анализа для сосудов другой вместимости.

9.2.2 Минерализация

Добавляют 3 мл азотной кислоты (5.3). Закрывают тефлоновый сосуд для минерализации. Переносят его в стальной сосуд и плотно закрывают навинчивающейся крышкой. Помещают эти оба сосуда в сборе в печь (6.10) при комнатной температуре. Повышают температуру печи до 150 °С и выдерживают при этой температуре, по меньшей мере, в течение 3 ч.

9.2.3 Испытуемый раствор

После охлаждения до комнатной температуры открывают тефлоновый сосуд для минерализации. Выпаривают содержимое сосуда почти досуха на нагревательной плитке (6.11). Добавляют 250 мкл азотной кислоты (5.3) и количественно переносят содержимое сосуда в мерную колбу с одной меткой вместимостью 10 мл (6.4). Разбавляют до метки водой.

Хорошо перемешивают и выполняют измерения.