
**Молоко и молочные продукты.
Определение содержания кальция,
натрия, калия и магния.
Спектрометрический метод атомной
абсорбции**

iTeh STANDARDS (standards.iteh.ai) *Milk and milk products — Determination of calcium, sodium, potassium and magnesium contents — Atomic absorption spectrometric method*

ISO 8070:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007>

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



Ссылочные номера
ISO 8070:2007(R)
IDF 119:2007(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 8070:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 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, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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.ch
Web www.iso.ch

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 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	1
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор проб	4
8 Подготовка пробы для испытания	4
8.1 Молоко и сыворотка	4
8.2 Пахта	4
8.3 Йогурт	4
8.4 Сливки	4
8.5 Сухое молоко	4
8.6 Сливочное масло	4
8.7 Сыр	5
8.8 Казеины и казеинаты	5
9 Методика	5
9.1 Проба для анализа	5
9.2 Разложение органических веществ	6
9.3 Определение	7
10 Расчет и выражение результатов	9
10.1 Расчет	9
10.2 Выражение результатов испытания	9
11 Прецизионность	9
11.1 Повторяемость	10
11.2 Воспроизводимость	10
12 Протокол испытания	10
Приложение А (информативное) Межлабораторные испытания	11
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 8070|IDF 119 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 издание ISO 8070|IDF 119 отменяет и заменяет первое издание (ISO 8070:1987), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

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 8070|IDF 119 подготовлен Международной федерацией 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 руководителей проекта, м-ра Л. Ноэля (Франция) и м-ра М. Карла (Германия).

Настоящее издание ISO 8070|IDF 119 отменяет и заменяет IDF 119A:1987 и IDF 154:1992, которые были подвергнуты техническому пересмотру.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/08cb9407-eac2-4e0e-a810-bea8618e681d/iso-8070-2007>

Молоко и молочные продукты. Определение содержания кальция, натрия, калия и магния. Спектрометрический метод атомной абсорбции

1 Область применения

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

Метод применим к молоку, сыворотке, пахте, йогурту, сливкам, сухому молоку, сливочному маслу, сыру, казеину и казеинату.

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*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание кальция, натрия, калия, магния

calcium, sodium, potassium, magnesium contents

массовая доля веществ, определенных по методике, установленной в этом международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Соответствующее содержание выражается в миллиграммах на грамм.

4 Принцип

Разрушают органические вещества в результате сухого или мокрого озоления, при мокром озолении используют азотную кислоту либо в открытой микроволновой системе, либо в микроволновой системе под давлением, либо в сосуде под давлением из политетрафторэтилена (PTFE), либо в любом соответствующем аппарате для мокрого озоления. Растворяют золу, содержащую кальций, натрий, калий и магний, в азотной кислоте в случае сухого озоления или разбавляют гидролизаты в случае мокрого озоления. Атоминизируют испытуемый и калибровочный растворы в воздушно-ацетиленовом пламени атомного абсорбционного спектрометра и измеряют их оптическую плотность при соответствующих длинах волн.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, если не указано иначе, и воду, соответствующую классу 2 по ISO 3696, если не указано иначе.

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ — При использовании кислот оператору следует носить очки и перчатки. Манипуляции с кислотами должны выполняться в соответствующем вытяжном шкафу.

5.1 Азотная кислота (HNO_3), концентрированная, массовая доля 65 %.

5.2 Раствор азотной кислоты (HNO_3), объемная доля 25 %.

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

5.3 Раствор трихлорида лантана, концентрация $c(\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 27$ г/л.

Растворяют 27 г гептагидрата трихлорида лантана ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) в воде. Разбавляют до 1 л и перемешивают.

5.4 Основной раствор иона кальция.

Имеющийся в продаже или эквивалентный реактив, соответствующий концентрации $c(\text{Ca}^{2+}) = 1$ г/л.

5.5 Основной раствор иона натрия.

Имеющийся в продаже или эквивалентный реактив, соответствующий концентрации $c(\text{Na}^+) = 1$ г/л.

5.6 Основной раствор иона калия.

Имеющийся в продаже или эквивалентный реактив, соответствующий концентрации $c(\text{K}^+) = 1$ г/л.

5.7 Основной раствор иона магния.

Имеющийся в продаже или эквивалентный реактив, соответствующий концентрации $c(\text{Mg}^{2+}) = 1$ г/л.

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

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

Хранят стандартный рабочий раствор в бутылке из полиэтилена высокой плотности PE-HD (6.7) таким образом, чтобы предотвратить какое-либо загрязнение.

5.9 Петролейный эфир, пределы кипения от 40 °C до 60 °C.

Перегоняют, если необходимо, петролейный эфир в чистый сосуд.

5.10 Пероксид водорода (H_2O_2), объемная доля 30 %.

6 Аппаратура

6.1 Общие положения

Выдерживают чистую стеклянную лабораторную посуду в растворе азотной кислоты с массовой долей 10 %. Тщательно очищают всю стеклянную и пластмассовую лабораторную посуду 10 %-ным

раствором азотной кислоты и выдерживают ее в этом растворе, по меньшей мере, 6 ч. Перед использованием три раза ополаскивают стеклянную и пластмассовую посуду водой двойной перегонки и дают возможность ей высохнуть.

Хранят чистую стеклянную и пластмассовую лабораторную посуду в беспыльных условиях, гарантирующих отсутствие какого-либо загрязнения при ее использовании.

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

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

6.3 Мерные колбы с одной меткой, номинальной вместимостью 20 мл, 50 мл, 100 мл, 250 мл и 1 000 мл, соответствующие требованиям ISO 1042.

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

6.5 Микропипетка, способная регулировать объем от 1 мл до 5 мл, с пластмассовыми кончиками.

6.6 Градуированный цилиндр, вместимостью 10 мл.

6.7 Бутылки из полиэтилена высокой плотности (PE-HD), для хранения стандартного раствора и раствора пробы.

6.8 Кварцевые тигли, вместимостью от 25 мл до 50 мл.

6.9 Печь с программным управлением, способная поддерживать минимальную температуру $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ и программировать скорость нагрева $50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{ч}$.

6.10 Открытая микроволновая система для мокрого озоления, с мощностью СВЧ-сигналов 200 Вт, оборудованная соответствующими сосудами вместимостью 50 мл и адаптированной системой охлаждения.

6.11 Микроволновая система для мокрого озоления под давлением, с управляющим устройством, способным отбирать выходную мощность СВЧ-сигналов от 0 Вт до 1 000 Вт, с регуляторами температуры и давления и устройством охлаждения воздуха, оборудованная соответствующими сосудами вместимостью 50 мл, имеющаяся в продаже или эквивалентного качества.

6.12 Сосуды для разложения, изготовленные из нержавеющей стали, с соответствующими внутренними сосудами из политетрафторэтилена (PTFE) вместимостью 23 мл с навинчивающимися крышками (сосуды из PTFE для разложения под давлением), имеющиеся в продаже или эквивалентного качества.

6.13 Печь, способная поддерживать температуру $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (для бомб для озоления).

6.14 Пламенный атомный абсорбционный спектрометр, с воздушно-ацетиленовой горелкой, пригодный для измерения при различных длинах волн: $422,7\text{ нм}$ — для методики определения содержания иона кальция, $589,6\text{ нм}$ — для методики определения содержания иона натрия, $766,5\text{ нм}$ — для методики определения содержания иона калия и $285,2\text{ нм}$ — для методики определения содержания иона магния; оборудованный лампами с полым катодом для одного элемента или комбинированного типа.

6.15 Водяные бани, пригодные для поддержания температур $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, $45\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.16 Центрифуга, позволяющая создавать радиальное ускорение $2\,500\text{ g}$, с пробирками вместимостью, по меньшей мере, 150 мл.

6.17 Соответствующее измельчающее устройство.

6.18 Сито, не содержащее загрязненного материала, с номинальным размером отверстий $0,5\text{ мм}$.

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.

Хранят пробу для испытания так, чтобы предотвратить порчу и изменение состава.

8 Подготовка пробы для испытания

Предотвращают любое загрязнение пробы для испытания.

8.1 Молоко и сыворотка

Помещают пробу для испытания на водяную баню (6.15), отрегулированную при температуре 20 °C, и осторожно перемешивают. При испытании молока, в котором жир распределен неравномерно, медленно нагревают пробу для испытания на водяной бане (6.15), отрегулированной при температуре 40 °C. Осторожно перемешивают только путем переворачивания. Как только проба будет полностью перемешана, быстро снова охлаждают ее на водяной бане (6.15), отрегулированной при температуре 20 °C.

8.2 Пахта

Удаляют, если необходимо, масляные зерна. Непосредственно перед взвешиванием (9.1.1.1 или 9.1.2.1) помещают пробу для испытания на водяную баню (6.15), отрегулированную при температуре 20 °C, и осторожно перемешивают.

8.3 Йогурт

Помещают пробу для испытания на водяную баню (6.15), отрегулированную при температуре 20 °C, и осторожно перемешивают. В случае отделения сыворотки энергично взбалтывают пробу непосредственно перед взвешиванием (9.1.1.1 или 9.1.2.1).

8.4 Сливки

Помещают пробу для испытания на водяную баню (6.15), отрегулированную при температуре 20 °C. Перемешивают или взбалтывают пробу тщательно, но не слишком энергично, чтобы не вызвать вспенивания или сбивания. В случае высокожирных сливок или сливок, в которых жир распределен неравномерно, медленно нагревают пробу для испытания на водяной бане (6.15), отрегулированной при температуре 40 °C, для ускорения смешивания. Быстро охлаждают ее на водяной бане (6.15), отрегулированной при температуре 20 °C.

ПРИМЕЧАНИЕ Невозможно ожидать достоверных результатов, если не было достигнуто достаточного смешивания пробы для испытания или если в ней обнаружены какие-либо признаки сбивания или других отклонений от нормы.

8.5 Сухое молоко

Переносят пробу для испытания в контейнер с воздухонепроницаемой крышкой, вместимость которого примерно в два раза превышает объем пробы. Сразу же закрывают контейнер крышкой. Тщательно смешивают порошок при многократном встряхивании и переворачивании контейнера.

8.6 Сливочное масло

Из-за возможного неравномерного распределения ионов в сливочном масле определяют их содержание в плазме масла.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание ионов в жировой фракции, полученной из масла указанным способом, пренебрежимо мало по сравнению с их содержанием в плазме и может не учитываться.

Взвешивают с точностью до 100 мг 100 г пробы для испытания в сухой пробирке для центрифугирования (6.16), масса которой была предварительно определена. Помещают пробирку на водяную баню (6.15), отрегулированную при температуре 45 °С. Как только сливочное масло расплавится, центрифугируют пробирку при радиальном ускорении 2 500 g.

Удаляют с помощью пипетки, насколько это возможно, прозрачный слой жира из пробирки. Добавляют 10 мл петролейного эфира (5.9) для разбавления оставшегося в пробирке жирового слоя и снова удаляют смесь пипеткой. Повторяют добавление петролейного эфира и удаление смеси с ним дважды.

Удаляют остаточный петролейный эфир при нагревании пробирки на водяной бане (6.15), отрегулированной при температуре 65 °С. Охлаждают на водяной бане (6.15), заранее отрегулированной при температуре 20 °С. Вытирают наружную поверхность пробирки чистой тонкой бумагой. Взвешивают пробирку с содержимым с точностью до 100 мг. Осторожно смешивают содержимое непосредственно перед взвешиванием пробы для испытания (9.1.1.1 или 9.1.2.1).

ПРИМЕЧАНИЕ Сливочное масло также может подвергаться прямому дигерированию при использовании сухого озоления или мокрого озоления в микроволновой системе под давлением, при котором нагревают масло примерно до 30 °С, гомогенизируют его при тщательном взбалтывании и непосредственно отбирают пробу для анализа.

8.7 Сыр

Перед анализом удаляют корку, сырную слизь или заплесневелый поверхностный слой, чтобы получить представительную пробу для испытания в том виде, в котором сыр обычно употребляется. Измельчают пробу для испытания с помощью соответствующего устройства (6.17). Быстро перемешивают всю массу и предпочтительно снова быстро измельчают ее.

Если пробу для испытания (например, мягкого сыра) невозможно измельчить, тщательно перемешивают всю пробу. Немедленно переносят предварительно подготовленную пробу или представительную ее часть в контейнер с воздухонепроницаемой крышкой.

Анализируют пробу для испытания без задержки, как можно быстрее после измельчения. Не следует анализировать измельченный сыр с нежелательным ростом плесени или признаками порчи.

8.8 Казеины и казеинаты

8.8.1 Если большая часть пробы для испытания достаточно мелкая, чтобы пройти через сито (6.18), то ее можно использовать без какого-либо измельчения. Переносят около 50 г просеянной через сито пробы для испытания в контейнер с воздухонепроницаемой крышкой, вместимость которого примерно в два раза превышает объем пробы.

Сразу же закрывают контейнер. Тщательно смешивают пробу для испытания при многократном встряхивании и переворачивании контейнера.

8.8.2 Если большая часть пробы для испытания недостаточно мелкая, чтобы пройти через сито (6.18), измельчают примерно 50 г пробы до тех пор, пока большая ее часть не пройдет через него. Переносят всю просеянную через сито пробу для испытания в контейнер. Продолжают методику, как указано в 8.8.1.

9 Методика

9.1 Проба для анализа

ПРИМЕЧАНИЕ Если требуется проверить требование к повторяемости, выполняют два единичных определения в условиях повторяемости.

9.1.1 Проба для анализа для сухого озоления

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

Взвешивают с точностью до 1 мг 10 г подготовленной пробы для испытания (8.1 - 8.4, 8.6) в кварцевом тигле (6.8).

9.1.1.2 Сухое молоко, сыр, казеин и казеинат

Взвешивают с точностью до 1 мг 1 г подготовленной пробы для испытания (8.5, 8.7, 8.8) в кварцевом тигле (6.8).

9.1.2 Проба для анализа для мокрого озоления

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При использовании системы, работающей под давлением (сосуд из PTFE для разложения под давлением или микроволновая система для мокрого озоления под давлением) следует уделять особое внимание предотвращению опасности взрыва. В частности, особенному рассмотрению подлежит определение размера пробы для анализа. В сосуде для мокрого разложения вместимостью примерно 25 мл озолению должно подвергаться такое количество пробы, которое соответствует 200 мг сухого вещества (общее количество пробы должно быть не более 1 г). Печь, в которой выполняют озоление, должна быть размещена в вытяжном шкафу.

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

Взвешивают с точностью до 1 мг от 0,5 г до 1 г подготовленной пробы для испытания (8.1 - 8.4, 8.6) в микроволновом сосуде (6.10 или 6.11) или в сосуде из PTFE (6.12).

9.1.2.2 Сухое молоко, казеин, казеинат или сыр

Взвешивают с точностью до 1 мг от 0,2 г до 0,5 г подготовленной пробы для испытания (8.5, 8.7, 8.8) в микроволновом сосуде (6.10 или 6.11) или в сосуде из PTFE (6.12).

9.2 Разложение органических веществ

9.2.1 Сухое озоление

Помещают кварцевый тигель (9.1.1.1 или 9.1.1.2) в печь с программным управлением (6.9), отрегулированную при комнатной температуре. Запускают программу нагрева печи, которая включает следующие этапы: для этапов сушки и предварительного озоления повышают температуру до 550 °C со скоростью 50 °C/ч. Поддерживают температуру в печи при 550 °C в течение 6 ч.

Если полученная зола пробы для анализа все еще имеет серый цвет после охлаждения, растворяют ее в 1 мл раствора азотной кислоты (5.2). Продолжают методику сухого озоления, повторно запуская ее с начала 9.2.1.

9.2.2 Мокрое озоление

9.2.2.1 Микроволновая система для озоления

Используют либо открытую микроволновую систему (9.2.2.1.1), либо микроволновую систему под давлением (9.2.2.1.2) для мокрого озоления.

9.2.2.1.1 Открытая микроволновая система для мокрого озоления

Используют программу разложения для открытой микроволновой системы для мокрого озоления (6.10), указанную в Таблице 1.