
**Сыры и плавленые сыры.
Определение азотных фракций**

Cheese and processed cheese — Determination of the nitrogenous fractions

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27871:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>

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



Ссылочные номера
ISO 27871:2011(R)
IDF 224:2011(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 27871:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2011

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 или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

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
Silver Building • Boulevard Auguste Reyers 70/B • 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

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 этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

ISO 27871 | IDF 224 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Стандарт опубликован ISO совместно с IDF.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>

Предисловие

Международная федерация молочной промышленности (IDF) является некоммерческой всемирной федерацией предприятий молочной отрасли. Членство в IDF представлено национальными комитетами стран, а также региональными ассоциациями молочной промышленности, подписавшими официальное соглашение о сотрудничестве с IDF. 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 постоянных комитетов — разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые постоянными комитетами и рабочими группами, 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, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

ISO 27871|IDF 224 разработан Международной федерацией молочной промышленности (IDF) совместно с Техническим комитетом ISO/TC 34 “*Пищевые продукты*”, Подкомитетом SC 5 “*Молоко и молочные продукты*”. Стандарт опубликован ISO совместно с IDF.

Вся работа была выполнена Объединенной группой специалистов ISO/IDF по *Азотным фракциям* Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения состава* под руководством г-на П.Трасса (Франция).

[ISO 27871:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>

Сыры и плавленые сыры. Определение азотных фракций

1 Область применения

Данный международный стандарт устанавливает метод определения азотных фракций в сырах и плавленых сырах, изготовленных из коровьего молока.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы необходимы для применения настоящего международного стандарта. Для жестких ссылок применяется только то издание, на которое дается ссылка. Для плавающих ссылок применяется самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 8968-1 | IDF 20-1, *Молоко. Определение содержания азота. Часть 1. Метод Кьельдаля*

ISO 8968-2 | IDF 20-2, *Молоко. Определение содержания азота. Часть 2. Метод минерализации в блоке (Макрометод)*

3 Аббревиатура

TN	массовая доля общего азота	г(N)/100 г
SN	массовая доля растворимого азота	г(N)/100 г
TCA-SN	содержание растворимого азота в трихлоруксусной кислоте	г(N)/100 г
PTA-SN	содержание растворимого азота в фосфорновольфрамовой кислоте	г(N)/100 г

4 Методика

Массовые доли получают после разделения в результате осаждения нерастворимых веществ в среде с показателем pH 4,4 (SN) или в 12 % трихлоруксусной кислоте (TCA-SN) или в 5 % фосфорновольфрамовой кислоте (PTA-SN). Содержание азота в каждой фракции определяют в фильтрах, полученных таким образом в соответствии с методиками, указанными в международных стандартах ISO 8968-1 | IDF 20-1 или ISO 8968-2 | IDF 20-2.

5 Реактивы

Если не указано иное, используют реактивы только установленной аналитической степени чистоты.

5.1 Вода, ISO 3696^[4], степень 3 или эквивалентной чистоты.

5.2 Раствор дигидрата тринатрийцитрата, $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,5$ моль/л.

Отвешивают 147,05 г дигидрата тринатрийцитрата в 1 000 мл мерную колбу с одной меткой (6.8). Встряхивают до растворения. Доводят водой до метки и снова перемешивают.

5.3 Раствор соляной кислоты, $c(\text{HCl}) = 1$ моль/л.

5.4 Раствор трихлоруксусной кислоты ($\text{C}_2\text{HCl}_3\text{O}_2$) (ТСА), объемно массовая доля 24 % ТСА.

5.5 Раствор фосфорновольфрамовой кислоты ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$) (РТА), объемно массовая доля 25 % от РТА.

5.6 Раствор серной кислоты (H_2SO_4), объемно массовая доля of 25 % от H_2SO_4 ($\rho_{20} \approx 1,84$ г/мл).

Готовят раствор серной кислоты, очень осторожно добавляя и перемешивая 260 г 98 % H_2SO_4 к 740 г воды. Используют полученный раствор для определения содержания азота.

6 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Устройство для измельчения или для истирания, легкое в чистке, для приготовления пробы для испытания.

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

6.3 Гомогенизатор и смеситель [например, типа Ultraturrax T25¹], оборудованный ротором, способное образовывать от 10 мкм до 50 мкм суспензии.

6.4 Химические стаканы, вместимостью 250 мл.

6.5 Мензурки, вместимостью 50 мл, 100 мл, и 200 мл соответственно, ISO 4788^[5], класс А.

6.6 Водяная баня, способная поддерживать температуру $45 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.7 Магнитные мешалки, со стержневыми магнитами (необязательно).

6.8 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 100 мл и 200 мл, ISO 1042^[3], класс А.

6.9 Градуированные пипетки, вместимостью 15 мл, 20 мл и 50 мл, ISO 835^[2], класс А.

6.10 рН метр, с точностью до 0,01 единицы рН.

6.11 Стеклянные воронки.

6.12 Фильтры, с размером пор 8 мкм [например, Whatman 40²].

1) Устройство Ultraturrax типа T25 — пример подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей и не указывает на поддержку данного поставщика со стороны ISO.

7 Отбор проб

В лабораторию следует отправлять представительную пробу. Проба не должна быть повреждена или ее свойства не должны измениться при транспортировке или хранении.

Отбор проб не является частью метода, описанного в данном международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб установлен в ISO 707|IDF 50^[1].

8 Методика

8.1 Приготовление пробы для испытания

Перед проведением анализа следует снять корку с сыра, загрязненный или заплесневелый слой, и таким образом получить представительную пробу для испытания в том виде, в котором сыр пригоден к употреблению. Измельчают или истирают пробу для испытания, используя соответствующее устройство для измельчения или истирания (6.1). Быстро перемешивают измельченную массу.

В случае необходимости, например, для полутвердых и твердых сыров, измельчают смесь дважды и тщательно перемешивают. Предпочтительно нарезать твердые и полутвердые сыры кубиками со стороной ~15 мм. Измельчить или истереть пробу для испытания, как описано выше. Очищать устройство после приготовления каждой пробы. Если пробу невозможно измельчить или истереть, ее тщательно перемешивают, разминая, например, пестиком в ступке. Следует избегать потери влаги. Хранить приготовленную пробу до начала испытания следует в герметичном контейнере. Однако, предпочтительно провести анализ проб как можно быстрее после измельчения.

Если отсрочка испытания необходима, принимают меры предосторожности, чтобы гарантировать надлежащую сохранность пробы.

Если проба заморожена, ее следует довести до комнатной температуры. Тщательно перемешивают пробу (для устранения документально подтвержденной передачи влаги внутри сыра, которая происходит при охлаждении и нагревании). Следует убедиться, что любая конденсация влаги на внутренней поверхности контейнера полностью вновь перешла на пробу для испытания. Не используют для анализа измельченную пробу, на которой виден нежелательный рост плесени или следов порчи.

8.2 Определение различных фракций

8.2.1 Общее содержание азота (TN)

Отбирают пробу размельченного сыра для анализа (8.1) в зависимости от предполагаемого содержания азота в сыре и для получения 0,025 г азота на пробирку для дигерирования. Определяют общее содержание азота в соответствии с методикой, описанной в ISO 8968-1|IDF 20-1 или в ISO 8968-2|IDF 20-2.

8.2.2 Приготовление раствора цитрата с сыром

Отвешивают с точностью до 1 мг приблизительно 20 г размельченного сыра (8.1) в 250 мл химический стакан. Используя мензурку, добавляют 100 мл раствора цитрата (5.2) и перемешивают. Помещают смесь на водяную баню (6.6), температура которой 45 °C, на 15 мин, периодически помешивая (вручную или магнитной мешалкой). В случае использования магнитной мешалки (6.7), ее следует промыть, чтобы избежать потерь.

2) Пример подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей и не указывает на поддержку данного продукта со стороны ISO или IDF. Могут использоваться альтернативные продукты, если доказано, что они дают сравнимые результаты.

Применяя гомогенизатор или смеситель (6.3), измельчают пробы до получения однородной суспензии. Промывают ротор гомогенизатора водой (5.1), собирая ополоски в стакан.

Помещают полученную смесь на водяную баню (6.6), температура которой 45 °С, на 1 ч максимум до полного растворения. Если этого недостаточно и остались нерастворенные кусочки, продолжают гомогенизировать смесь, используя гомогенизатор (6.3). Затем промывают ротор, как указано выше, вновь собирая ополоски.

По частям переносят содержимое стакана в 200 мл мерную колбу с одной меткой (6.8). Промывают стакан, собирая ополоски в колбу. Перемешивают и оставляют смесь охладиться до комнатной температуры. Доводят водой до метки (5.1).

Растворение плавленых сыров также можно проводить в воде (5.1).

8.2.3 Приготовление фракции SN

Используя градуированную пипетку (6.9), вводят 50 мл раствора цитрата с сыром, полученного в 8.2.2, в стакан. Добавляют приблизительно 11 мл раствора соляной кислоты (5.3). Проверяют показатель pH и, при необходимости, регулируют его до уровня $4,4 \pm 0,05$.

По частям переносят содержимое в 100 мл мерную колбу с одной меткой (6.8). Доводят водой (5.1) до метки. Фильтруют (6.12) раствор. С помощью градуированной пипетки (6.9) переносят 15 мл фильтрата в пробирку для дигерирования. Проводят дигерирование и определяют содержание SN в соответствии с методикой, описанной в ISO 8968-1 | IDF 20-1 или в ISO 8968-2 | IDF 20-2.

8.2.4 Приготовление фракции TCA-SN

Используя градуированную пипетку (6.9), вводят 50 мл раствора цитрата с сыром, полученного в 8.2.2, в 100 мл мерную колбу с одной меткой (6.8). Доводят до метки 24 % раствором TCA (5.4) и перемешивают.

Фильтруют (6.12) раствор. С помощью градуированной пипетки (6.9) переносят 20 мл фильтрата в пробирку для дигерирования. Проводят дигерирование и определяют содержание TCA-SN в соответствии с методикой, описанной в ISO 8968-1 | IDF 20-1 или в ISO 8968-2 | IDF 20-2.

8.2.5 Приготовление фракции PTA-SN

Используя градуированную пипетку (6.9), вводят 50 мл раствора цитрата с сыром, полученного в 8.2.2, в 100 мл мерную колбу с одной меткой (6.8). Добавляют 20 мл 25 % раствора PTA (5.5) и перемешивают. Доводят до метки 25 % раствором серной кислоты (5.6).

Фильтруют (6.12) раствор. С помощью градуированной пипетки (6.9) переносят 20 мл фильтрата в пробирку для дигерирования. Проводят дигерирование и определяют содержание PTA-SN в соответствии с методикой, описанной в ISO 8968-1 | IDF 20-1 или в ISO 8968-2 | IDF 20-2.

ПРИМЕЧАНИЕ Взвешивание проб раствора цитрата и фильтрата (для дигерирования) для анализа допустимо в 8.2.3, 8.2.4 и 8.2.5 при условии, когда окончательные разбавления рассматривают как массовую долю (вместо объемной доли).

8.3 Слепой опыт

Одновременно с определением пробы проводят слепой опыт, используя ту же методику, которая описана в 8.2.3 – 8.2.5, но без пробы для анализа (раствор цитрата без сыра).

9 Расчет и выражение результатов

9.1 Расчет

Вычисляют растворимый азот в различных азотных фракциях пробы для испытания, w_{SN} , выраженный в граммах азота на 100 г пробы, используя следующую формулу:

$$w_{SN} = \frac{1,4007 (V_s - V_b) c_r}{f_w}$$

где

w_{SN} содержание растворимого азота, в граммах на 100 г пробы, в различных азотных фракциях ($w_{SN4,4}$, w_{TCA-SN} , w_{PTA-SN}) в пробе;

V_s объем, в миллилитрах, соляной кислоты, используемой для определения пробы;

V_b объем, в миллилитрах, соляной кислоты, используемой в слепом опыте;

c_r численное значение концентрации, в молях на литр, используемого стандартного титрованного раствора соляной кислоты;

f_w "рабочий фактор", принимаемый во внимание, количество пробы для анализа, различные разбавления и объем фильтрата для стадии дигерирования ($f_w = 0,75$ для фракций SN; $f_w = 1,00$ для фракций TCA-SN и PTA-SN).

9.2 Выражение результатов испытания

Результаты испытания выражают с точностью до двух десятичных знаков.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторное испытание

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости рассчитывают для 95 % вероятностного уровня и могут быть неприменимы для диапазонов концентраций и матриц, отличных от указанных здесь.

Полученные значения выведены на основании результатов межлабораторного испытания, проведенного в соответствии с ISO 5725-1^[6] и ISO 5725-2^[7].

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными за короткий промежуток времени с использованием одного и того же метода на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одинаковом оборудовании, не более чем в 5% случаев будет больше, чем для растворимого азота:

При pH 4,4: 0,053 г азота на 100 г пробы для испытания;

В TCA: 0,039 г азота на 100 г пробы для испытания;

В PTA: 0,028 г азота на 100 г пробы для испытания.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, не более чем в 5 % случаев будет больше, чем для растворимого азота:

При pH 4,4: 0,089 г азота на 100 г пробы для испытания;

В TCA: 0,047 г азота на 100 г пробы для испытания;

В PTA: 0,091 г азота на 100 г пробы для испытания.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на данный международный стандарт (ISO 27871:2011);
- d) любые рабочие детали, не указанные в данном международном стандарте, или считающиеся необязательными, а также подробности любых инцидентов, способных повлиять на результат(ы);
- e) полученный(е) результат(ы) испытаний;
- f) в случае проверки повторяемости, окончательный полученный и зарегистрированный результат.

[ISO 27871:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99909ae4-cd7b-4dd8-b388-817052cb9c5a/iso-27871-2011>