
**Молоко и молочные продукты.
Определение содержания цинка.
Спектрометрический метод атомной
абсорбции в пламени**

*Milk and milk products — Determination of zinc content — Flame
atomic absorption spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11813:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>

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



Ссылочные номера
ISO 11813:2010(R)
IDF 156:2010(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 интегрированные шрифты и они не будут установлены на 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 или IDF не несут никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11813:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO и IDF 2010

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 письменного согласия ISO или IDF, полученного 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
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

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 11813|IDF 156 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией по молочному животноводству (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

Настоящее второе издание ISO 11813|IDF 156 отменяет и заменяет первое издание (ISO 11813:1998), которое было подвергнуто незначительному пересмотру.

Предисловие

Международная федерация по молочному животноводству (IDF) является некоммерческой организацией, представляющей всемирное молочное животноводство. Членами IDF являются Национальные комитеты каждой страны-члена, а также региональные ассоциации по молочному животноводству, которые имеют подписанное официальное соглашение о совместной деятельности с IDF. Каждый член IDF 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 состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Постоянными комитетами, рассылаются Национальным комитетам для утверждения до опубликования в качестве международных стандартов. 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 11813|IDF 156 подготовлен Международной федерацией по молочному животноводству (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 существовавшей ранее совместной ISO-IDF рабочей группой по *Второстепенным соединениям*, которая в настоящее время входит в состав Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения состава*.

Настоящее издание ISO 11813|IDF 156 отменяет и заменяет IDF 156:1992, которое было подвергнуто незначительному пересмотру.

Молоко и молочные продукты. Определение содержания цинка. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени для определения содержания цинка в молоке и молочных продуктах. Метод применим для определения содержания цинка в диапазоне от 25 мг/кг до 70 мг/кг (в пересчете на сухое вещество) в молоке и молочных продуктах.

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 6732|IDF 103, *Молоко и молочные продукты. Определение содержания железа. Спектрометрический метод (Контрольный метод)*¹⁰

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9e/iso-11813-2010>

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используют следующие термины и определения.

3.1

содержание цинка в молоке и молочных продуктах zinc content in milk and milk products

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

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание цинка выражается в миллиграммах на килограмм продукта.

4 Принцип

Подвергают пробу сухому озолению в программируемой печи для озоления. Растворяют золу в концентрированной соляной кислоте и после добавления раствора хлорида стронция разбавляют водой. Измеряют содержание цинка в результирующем растворе спектрометрическим методом атомной абсорбции в пламени на длине волны 213,9 нм с учетом дейтериевой или зеемановской поправки на фон.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, которые, за исключением стандартных растворов цинка (5.5), не должны содержать цинка.

Если не указано иначе, настоятельно рекомендуется использовать реактивы¹⁾ Aristar, Suprapur или Ultrex либо продукты эквивалентной степени чистоты.

5.1 Вода, соответствующая степени чистоты 2, как определено в ISO 3696^[3].

5.2 Соляная кислота (HCl), концентрированная ($\rho_{20} = 1,17$ г/мл – 1,18 г/мл).

5.3 Раствор хлорида стронция.

Растворяют 38,0 г гексагидрата хлорида стронция ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) в воде (5.1) и доводят до 250 мл водой.

ПРИМЕЧАНИЕ Пригоден гексагидрат хлорида стронция из BDH (Spectrosol)¹⁾ или эквивалентный реактив.

5.4 Азотная кислота (HNO₃), концентрированная ($\rho_{20} = 1,42$ г/мл).

5.5 Стандартные растворы цинка.

5.5.1 Основной раствор, содержащий 1 000 мг цинка на литр азотной кислоты концентрацией 0,3 моль/л (эквивалентной 18,9 г/л азотной кислоты).

ПРИМЕЧАНИЕ Пригоден раствор для атомной спектроскопии Baker Instra (Baker Instra-analyzed Atomic Spectral Solution¹⁾) 1.6946.

5.5.2 Рабочий раствор, содержащий 100 мг цинка на литр. Добавляют 1 мл азотной кислоты (5.4) к 10 мл основного раствора (5.5.1) и доводят до 100 мл водой (5.1).

5.6 Нулевой стандартный раствор.

В мерной колбе с одной меткой вместимостью 500 мл разбавляют 2,5 мл соляной кислоты (5.2) и 12,5 мл раствора хлорида стронция (5.3) водой (5.1) до метки 500 мл. Хорошо перемешивают.

6 Аппаратура

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Хранят чистую стеклянную посуду в 10 %-ной (массовая доля) азотной кислоте. Промывают посуду перед использованием три раза дистиллированной водой и затем три раза водой двойной перегонки.

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Кварцевые тигли, с кварцевыми крышками, вместимостью 50 мл.

6.2 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 100 мл и 250 мл, ISO 1042^[2] класс А.

6.3 Ручные поршневые пипетки, вместимостью 0,2 мл, 1,0 мл и 5,0 мл, ISO 8655-2^[6].

6.4 Сушильный шкаф, способный поддерживать температуру $102 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.5 Программируемая печь для озонения, или эквивалентная, способная поддерживать минимальную достижимую температуру $550 \text{ }^\circ\text{C}$ с программируемой скоростью нагрева $50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{ч}$.

ПРИМЕЧАНИЕ Если программируемая печь для озонения отсутствует, то возможно ручное регулирование температуры изотермической печи с шагом $50 \text{ }^\circ\text{C}$ в каждый час.

1) Реактивы Aristar, Suprapur, Ultrex и Spectrosol, а также раствор для атомной спектроскопии Baker Instra приведены в качестве примера пригодных продуктов, имеющих в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей этого международного стандарта и не означает поддержки этих продуктов со стороны ISO или IDF.

6.6 Плитка, способная поддерживать температуру примерно 100 °С.

6.7 Водяная баня, способная поддерживать воду при температуре кипения.

6.8 Пламенный атомный абсорбционный спектрометр, пригодный для измерений на длине волны 213,9 нм с рекомендуемой шириной спектральной полосы 0,2 нм, оснащенный 10 см ацетиленово-воздушной горелкой с одноцелевидной насадкой и дейтериевой или зеэмановской поправкой на фон.

6.9 Аналитические весы, пригодные для считывания показаний с точностью до 1 мг.

7 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50^[1].

Важно поставлять в лабораторию действительно представительную пробу, которая не была подвергнута порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Хранят пробу таким образом, чтобы предотвратить порчу или изменение ее состава. Следует принять меры предосторожности против загрязнения пробы цинком.

8 Приготовление пробы для испытания

Избегая загрязнения цинком, готовят пробу для испытания согласно ISO 6732|IDF 103.

9 Методика

9.1 Общие положения

В случае проверки предела повторяемости (см. 11.2), выполняют два единичных определения в соответствии с 9.2 – 9.4.

9.2 Проба для анализа

Взвешивают с точностью до 1 мг в кварцевом тигле (6.1) $5 \text{ г} \pm 1 \text{ г}$ приготовленной пробы для испытания молока (или количество приготовленной пробы для испытания молочного продукта, эквивалентное $0,5 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г}$ сухого вещества). Осторожно сушат содержимое в сушильном шкафу (6.4), отрегулированном на 102 °С.

9.3 Озоление

Нагревают кварцевый тигель, содержащий высушенную пробу для анализа (9.2), в печи для озоления (6.5) от комнатной температуры до температуры 500 °С со скоростью 50 °С/ч. Выдерживают его в течение 3 ч при температуре 500 °С.

Потом дают возможность содержимому кварцевого тигля охладиться до комнатной температуры в камере, не содержащей цинка. Если полученная зола не белого цвета, то смачивают ее примерно 0,5 мл воды (5.1), затем добавляют три капли азотной кислоты (5.4).

Осторожно сушат на плитке (6.6) или на кипящей водяной бане (6.7). Снова нагревают в течение 30 мин в печи (6.5), отрегулированной на температуру 500 °С.

9.4 Определение

9.4.1 Приготовление испытуемого раствора

Добавляют 0,5 мл воды (5.1) и 0,5 мл соляной кислоты (5.2) к золе (9.3). Растворяют золу и количественно переносят растворенную золу водой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (6.2).

С помощью поршневой пипетки вместимостью 5,0 мл (6.3) добавляют 2,5 мл раствора хлорида стронция (5.3) к содержимому колбы. Доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

9.4.2 Измерение с помощью атомного абсорбционного спектрометра

Устанавливают спектрометр (6.8) на длину волны 213,9 нм и такой режим для пламени, чтобы получить оптимальную прецизионность и чувствительность.

9.4.2.1 Калибровка

Добавляют в четыре мерные колбы с одной меткой вместимостью 100 мл (6.2) 0,2 мл, 0,4 мл, 0,6 мл и 0,8 мл рабочего раствора цинка (5.5.2) соответственно. Доводят до метки нулевым стандартным раствором (5.6) и тщательно перемешивают. Эти калибровочные растворы содержат 0,2 мг, 0,4 мг, 0,6 мг и 0,8 мг цинка на литр соответственно.

Затем распыляют нулевой стандартный раствор (5.6) и четыре калибровочных раствора по четыре раза каждый и рассчитывают средние значения оптической плотности.

Вычитают из средних значений оптической плотности калибровочных растворов среднее значение оптической плотности нулевого стандартного раствора. Строят график зависимости результирующих значений оптической плотности относительно соответствующих концентраций калибровочных растворов.

ПРИМЕЧАНИЕ В зависимости от функциональных возможностей прибора вычитание также можно выполнить с помощью автоматической установки на нуль.

9.4.2.2 Измерение раствора пробы

Измеряют испытуемый раствор (см. 9.4.1) сразу же после проведения измерений калибровочных растворов в тех же самых условиях.

Если его сигнал больше сигнала стандартного раствора наивысшей концентрации, разбавляют испытуемый раствор нулевым стандартным раствором (5.6) (коэффициент разбавления f) и повторяют измерения.

Периодически проверяют прибор и устойчивость калибровки, используя калибровочный раствор цинка концентрацией 0,4 мг/л. Также выполняют калибровочные измерения в конце серии измерений, а в случае больших серий выполняют дополнительные измерения в середине серии.

Повторяют каждое измерение четыре раза и рассчитывают среднее арифметическое этих значений. Вычитают из него среднее значение оптической плотности нулевого стандартного раствора. Считывают соответствующую концентрацию по калибровочному графику (см. 9.4.2.1).

10 Расчет и выражение результатов

Рассчитывают содержание цинка в пробе, w_{Zn} , в миллиграммах на килограмм, используя следующую формулу:

$$w_{Zn} = \frac{\rho_{Zn} f V}{m}$$

где

- ρ_{Zn} концентрация цинка в испытуемом растворе, считанная по калибровочному графику (см. 9.4.2.2), в миллиграммах на литр;
- f коэффициент разбавления [окончательный объем разбавленного испытуемого раствора (см. 9.4.2.2), деленный на объем исходного испытуемого раствора (см. 9.4.1), взятый для разбавления];
- V объем испытуемого раствора (см. 9.4.1), в миллилитрах ($V = 100$ мл);
- m масса пробы для анализа, в граммах.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Значения повторяемости и воспроизводимости были получены по результатам межлабораторного испытания, проведенного в соответствии с требованиями ISO 5725-1^[4] и ISO 5725-2^[5]. Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в Ссылке [7].

Значения, полученные в результате проведения этого межлабораторного испытания, не могут быть применены к диапазонам концентрации и матрицам, отличным от указанных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, должно не более чем в 5 % случаев превышать 7 % среднего арифметического двух результатов.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, должно не более чем в 5 % случаев превышать 4 мг/кг сухого вещества продукта.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать, по меньшей мере, следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания вместе со ссылкой на этот международный стандарт (ISO 11813|IDF 156:2010);
- d) все подробности, не указанные в этом международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- e) полученный(е) результат(ы) испытания;
- f) в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.

Библиография

- [1] ISO 707|IDF 50, *Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб*
- [2] ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*
- [3] ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания*
- [4] ISO 5725-1, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*
- [5] ISO 5725-2, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения*
- [6] ISO 8655-2, *Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 2. Пипетки, приводимые в действие поршнем*
- [7] CARL, M. Collaborative study — Zinc in milk and milk products. *Bull. IDF* 1995, (306), pp. 2-19
- [8] KOOPS, J., KLOMP, H., WESTERBEEK, D. *Netherlands Milk Dairy J.* 1986, **40**, pp. 337-350

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11813:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a65951b9-e286-4d68-8567-261010121f9c/iso-11813-2010>