

---

---

**Молоко и молочные продукты.  
Определение содержания железа.  
Спектрометрический метод  
(Контрольный метод)**

*Milk and milk products — Determination of iron content —  
Spectrometric method (Reference method)*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 6732:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>

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



Ссылочные номера  
ISO 6732:2010(R)  
IDF 103:2010(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 6732:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>



**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 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.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Опубликован 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 6732|IDF 103 был 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.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 6732:1985), в которое внесены незначительные изменения.

## 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 технических комитетов заключается в разработке 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. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

ISO 6732|IDF 103 был 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 бывшей Объединенной группой специалистов ISO/IDF по *Вспомогательным соединениям*, входящей в настоящее время в состав Постоянного комитета по *Методам анализа смесей*.

Настоящее издание ISO 6732|IDF 103 отменяет и заменяет IDF 103A:1986, в которое внесены незначительные изменения.

# Молоко и молочные продукты. Определение содержания железа. Спектрометрический метод (Контрольный метод)

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает спектрометрический контрольный метод определения содержания железа в молоке и молочных продуктах.

Этот метод распространяется на следующие продукты:

- молоко, обезжиренное молоко, сыворотку и пахту;
- йогурт натуральный и йогурт обезжиренный;
- сгущенное молоко без сахара и сгущенное молоко с сахаром;
- сухое цельное молоко и сухое обезжиренное молоко, сухую сыворотку и пахту;
- сливки и масло;
- обезжиренный молочный жир, хлопковое масло, молочный жир и топленое масло;
- мороженое;
- сыр разной степени вызревания, и плавленый сыр;
- казеины, казеинаты и продукты совместного осаждения.

## 2 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

### 2.1

#### **содержание железа в молоке и молочных продуктах** **iron content in milk and milk products**

массовая доля вещества, определяемая методом, установленным в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание железа условно выражается в миллиграммах на килограмм пробы.

## 3 Принцип

Органическое вещество вываривают в смеси азотной и серной кислоты, предварительно удалив жир при использовании сливок и обезжиренного молочного жира, хлопкового масла, молочного жира и топленого масла. В случае масла отделяют и вываривают сыворотку.

Ионы железа(II), получаемые путем восстановления ионов железа(III), образуют комплексное соединение с батофенантролином. Соединение железа(II) экстрагируют изоамиловым спиртом. Проводят спектрометрические измерения оптической плотности полученного таким образом раствора красного на длине волны 533 нм.

## 4 Реактивы и материалы

**ВАЖНО — Сохраняют реактивы, лабораторную посуду и оборудование, а также поддерживают лабораторную среду в чистоте, чтобы избежать такого загрязнения, как ржавчина. Каждая лаборатория должна контролировать и определять свои собственные источники загрязнения.**

Используют реактивы только высокой аналитической чистоты, которые, за исключением стандартных растворов железа (4.14 and 4.15), не содержат железа.

**4.1 Вода**, соответствующая 2 степени чистоты, как определено в ISO 3696<sup>[5]</sup>.

**4.2 Этанол** (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), приблизительно 96 % объемной доли.

При необходимости перегоняют в перегонной установке, не содержащей железо.

**4.3 Диэтиловый эфир** (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>).

При необходимости перегоняют в перегонной установке, не содержащей железо.

**4.4 Петролейный эфир**, кипящий при температуре от 40 °C до 60 °C.

При необходимости перегоняют в перегонной установке, не содержащей железо.

**4.5 Азотная кислота** (HNO<sub>3</sub>), концентрированная, ρ<sub>20</sub> = 1,42 г/мл.

Перегоняют в перегонной установке, не содержащей железо. Не допускается хранение азотной кислоты в бутылки из темного стекла.

**4.6 Серная кислота**<sup>1)</sup> (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), концентрированная, ρ<sub>20</sub> = 1,84 г/мл.

**4.7 Сульфат калия**<sup>1)</sup>, раствор в серной кислоте.

Растворяют 25 г безводного сульфата калия (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) в серной кислоте (4.6) и доводят этой же кислотой до 100 мл. Фильтруют раствор без отсасывания через полностью стеклянный, не содержащий железа, фильтр-тигель класса пористости Р 100 (диаметр пор от 40 мкм до 100 мкм).

Если имеющийся сульфат калия содержит железо, его очистку проводят следующим образом.

Растворяют 40 г сульфата калия в 500 мл воды (4.1) и добавляют 3 мл раствора хлорида гидроксиламмония (4.10). Экстрагируют раствор 10 мл раствора батофенантролина (4.12). Верхний слой сливают. Повторяют эти две операции, пока верхний слой остается бесцветным. Выпаривают воду в чистом сушильном шкафу.

**4.8 Перекись водорода**<sup>1)</sup> (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), раствор, ρ<sub>20</sub> = 1,099 г/мл - 1,103 г/мл.

Хранят в холодильнике.

---

1) Реактивы Aristar, Suprapur и Ultrex являются примером подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Эта информация дана для удобства пользователей настоящего международного стандарта и не говорит о признании этих продуктов ISO или IDF.

#### 4.9 Ацетат натрия<sup>1)</sup>, насыщенный раствор.

Растворяют 232,5 г безводного ацетата натрия ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) в 500 мл воды (4.1).

Если имеющийся ацетат натрия содержит железо, его очистку проводят следующим образом.

Растворяют 232,5 г ацетата натрия в 500 мл воды. Фильтруют через фильтровальную бумагу. Добавляют 3 мл раствора хлорида гидроксиламмония (4.10). Экстрагируют раствор 10 мл раствора батофенантролина (4.12). Верхний слой сливают. Повторяют эти две операции, пока верхний слой остается бесцветным.

#### 4.10 Хлорид гидроксиламмония, раствор.

Растворяют 20 г хлорида гидроксиламмония ( $\text{HONH}_2\text{Cl}$ ) в воде (4.1) и доводят до 100 мл. Фильтруют через фильтровальную бумагу. Экстрагируют раствор 5 мл раствора батофенантролина (4.12). Выдерживают до нужного разделения слоев. Сливают верхний слой. Повторяют эти две операции, пока верхний слой остается бесцветным.

ПРИМЕЧАНИЕ Обычно достаточно пяти экстракций.

Если раствор приготовлен более чем за 24 ч до использования, рекомендуется повторить экстракцию батофенантролином.

Вместо раствора хлорида гидроксиламмония в качестве восстановителя можно использовать свежеприготовленный раствор аскорбиновой кислоты. Раствор аскорбиновой кислоты получают путем растворения 10 г аскорбиновой кислоты в 100 мл воды. Раствор следует экстрагировать раствором батофенантролина точно таким же образом, как было описано для раствора хлорида гидроксиламмония. Раствор должен храниться в холодильнике. При проведении процедур, указанных в 4.7, 4.9 и 8.2.1.4, вместо 3 мл раствора хлорида гидроксиламмония можно использовать 3 мл этого раствора аскорбиновой кислоты.

#### 4.11 Изоамиловый спирт (3-метил-1-бутанол).

При необходимости перегоняют на не содержащей железо перегонной установке.

#### 4.12 Батофенантролин, раствор.

Растворяют 83,1 мг батофенантролина [4,7-дифенил-1,10-фенантролин ( $\text{C}_{24}\text{H}_{16}\text{N}_2$ )] в 100 мл изоамилового спирта (4.11).

#### 4.13 Перманганат калия, раствор.

Растворяют 100 мг перманганата калия ( $\text{KMnO}_4$ ) в 50 мл воды (4.1).

#### 4.14 Железо, стандартный раствор, соответствующий 1 000 мг железа на литр.

Растворяют 7,022 г гексагидрата двойной соли сернокислого аммония и сернокислого железа  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  в 250 мл воды (4.1). Добавляют 8 мл серной кислоты (4.6) и охлаждают до комнатной температуры. Доводят водой до 1 000 мл.

1 мл такого раствора содержит 1 мг железа.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается использовать вместо гексагидрата двойной соли сернокислого аммония и сернокислого железа имеющиеся в продаже препараты, которые содержат 1 000 мг железа.

**4.15 Железо**, стандартный раствор, соответствующий 1 мг железа на литр.

В день использования пипеткой (5.11) переносят 1 мл стандартного раствора железа (4.14) в 250 мл воды (4.1). Добавляют 1 мл серной кислоты (4.6) и доводят водой до 1 000 мл.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мкг железа.

## 5 Аппаратура

**ВАЖНО** — Сохраняют реактивы, лабораторную посуду и оборудование, а также поддерживают лабораторную среду в чистоте, чтобы избежать такого загрязнения, как ржавчина. Каждая лаборатория должна контролировать и определять свои собственные источники загрязнения.

Выдерживают чистую стеклянную посуду, включая стеклянные бусы (5.8), в 10 % по массе растворе азотной кислоты. Перед использованием трижды промывают дистиллированной водой, а затем три раза — дважды дистиллированной водой. При необходимости сушат путем последовательного промывания этанолом (4.2) и диэтиловым спиртом (4.3).

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

**5.1 Аналитические весы.**

**5.2 Центрифуга**, обеспечивающая радиальное ускорение, равное 2 500g, с пробирками вместимостью не менее 150 мл.

**5.3 Измельчающее устройство**, подходящее для исследуемой пробы.

**5.4 Сито**, с номинальным размером отверстий 500 мкм, ISO 565<sup>[1]</sup>, изготовленное из материала, не содержащего железа.

**5.5 Водяные бани:** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b0da224-77e5-4f54-88c7-43f0b39e4e95/iso-6732-2010>

**5.6 Микроргорелки или электронагреватели**, не испускающие содержащих железо частиц.

**5.7 Колбы для дигерирования** (Кьельдаль), вместимостью приблизительно 70 мл, с притертыми стеклянными пробками, с делениями на нижней части шейки до 50 мл.

**5.8 Стеклянные бусы**, изготовленные предпочтительно из кварца, которые не выделяют железо в процессе дигерирования (см. 8.2.1).

**5.9 Измерительные цилиндры**, вместимостью 5 мл, 10 мл и 25 мл, ISO 4788<sup>[6]</sup>.

**5.10 Градуированные пипетки**, вместимостью 1 мл, 2 мл и 5 мл, с ценой деления 0,1 мл, ISO 835<sup>[4]</sup>.

**5.11 Пипетки с одной меткой**, вместимостью 1 мл, 2 мл, 3 мл, 4 мл, 5 мл, 10 мл и 25 мл, ISO 648<sup>[2]</sup> класс А.

**5.12 Спектрометр**, пригодный для измерения оптической плотности на длине волны 533 нм, имеющий кюветы с оптической длиной пути 10 мм.

## 6 Отбор проб

**ВАЖНО** — Следует избегать загрязнения железом. Хранят стеклянные банки для отбора проб в 10 % по массе растворе азотной кислоты. Перед использованием их тщательно промывают и высушивают.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 707|IDF 50<sup>[3]</sup>.

Важно, чтобы лаборатория получила представительную пробу, которая не была повреждена или изменена при транспортировке и хранении.

## 7 Приготовление пробы для анализа

**ВАЖНО — Следует избегать загрязнения железом.**

### 7.1 Молоко, обезжиренное молоко и молочная сыворотка

Нагревают пробу до  $(20 \pm 2)$  °C и тщательно перемешивают. Пробу молока, в которой жир распределен неравномерно, медленно нагревают до 40 °C, осторожно перемешивают только путем переворачивания пробирки и быстро и охлаждают до  $(20 \pm 2)$  °C.

### 7.2 Пахта

При необходимости удаляют масляные зерна. Нагревают пробу до  $(20 \pm 2)$  °C и тщательно перемешивают непосредственно перед взвешиванием (см. 8.1.1).

### 7.3 Натуральный йогурт и обезжиренный йогурт

Нагревают пробу до  $(20 \pm 2)$  °C и тщательно перемешивают. При отделении сыворотки энергично размешивают непосредственно перед взвешиванием (см. 8.1.1).

### 7.4 Сливки

Нагревают пробу до  $(20 \pm 2)$  °C. Тщательно размешивают или перемешивают, но не так энергично, чтобы не допустить взбалтывания или вспенивания.

Сливки очень густые или сливки, в которых жир распределен неравномерно, медленно нагревают до 40 °C, чтобы облегчить размешивание.

Быстро охлаждают пробу до  $(20 \pm 2)$  °C. Тщательно размешивают пробу в емкости. Размешивают до получения полностью однородной массы. Закрывают емкость.

Правильные результаты получить невозможно, если не обеспечивается необходимое размешивание пробы или если проба вспенивается или наблюдаются другие аномальные признаки.

### 7.5 Сгущенное молоко

Осторожно встряхивают емкость, часто переворачивая ее. Открывают емкость и медленно переливают молоко в другую емкость, изготовленную из стекла, и снабженную герметичной крышкой. При этом следует собрать в пробу весь жир или другие ингредиенты, прилипшие к стенкам первой емкости. Энергично размешивают и закрывают емкость.

Нагревают закрытую емкость на водяной бане от 40 °C до 60 °C. Каждые 15 мин емкость снимают и энергично встряхивают. Спустя 2 ч емкость снимают с водяной бани и тщательно перемешивают пробу ложкой или шпателем.

При отделении жира правильные результаты получить невозможно.

## 7.6 Сгущенное молоко с сахаром

Открывают емкость и тщательно перемешивают молоко ложкой или шпателем, переворачивая содержимое круговыми движениями так, чтобы верхние и нижние слои перемещались и перемешивались. Необходимо следить за тем, чтобы в пробу попало все молоко, приставшее к стенкам и краям емкости.

Переносят пробу целиком во вторую емкость, изготовленную из стекла и снабженную герметичной крышкой, и закрывают емкость. Нагревают закрытую емкость на водяной бане от 30 °C до 40 °C. Охлаждают до  $(20 \pm 2)$  °C. Тщательно размешивают пробу в емкости. Смешивают до тех пор, пока масса не станет однородной. Закрывают емкость.

Если проба находится в гибкой тубе, ее открывают и переносят содержимое в стеклянную емкость. Разрезают тубу и по возможности полностью переносят весь материал, прилипший к внутренним стенкам, в емкость.

## 7.7 Сухое цельное молоко, сухое обезжиренное молоко, сухая сыворотка и сухая пахта

Пробу переносят в емкость, вместимость которой вдвое больше объема пробы и которая снабжена герметичной крышкой. Сразу закрывают емкость. Тщательно перемешивают, многократно встряхивая и переворачивая емкость.

## 7.8 Масло

Вследствие возможного неравномерного распределения железа в масле определение железа проводят в сыворотке. Содержание железа в жире, отделенном от масла способом, описанным в данном международном стандарте, пренебрежительно мало по сравнению с его содержанием в сыворотке и может не учитываться.

С точностью до 100 мг отвешивают 100 г пробы в сухую предварительно тарированную пробирку центрифуги (5.2). Помещают пробирку на водяную баню при температуре  $(45 \pm 1)$  °C. Как только масло расплавится, проводят центрифугирование пробирки с радиальным ускорением 2 500g. С помощью пипетки отбирают как можно больше прозрачного слоя жира. Экстрагируют 10 мл петролейного эфира (4.4) и снимают пипеткой верхний слой. Повторяют эти две операции дважды. Остаточный петролейный эфир удаляют путем нагревания на водяной бане при температуре  $(65 \pm 1)$  °C. Протирают насухо пробирку снаружи чистой бумажной салфеткой. Охлаждают до  $(20 \pm 2)$  °C. Взвешивают пробирку с ее содержимым с точностью до 100 мг. Осторожно перемешивают содержимое непосредственно перед взвешиванием пробы для анализа (см. 8.1.5).

## 7.9 Обезвоженный молочный жир, хлопковое масло, молочный жир и топленое масло

Нагревают пробу до 40 °C, выдерживают при этой температуре в течение 5 мин и осторожно размешивают. Охлаждают до  $(20 \pm 2)$  °C.

## 7.10 Мороженое

С проб, собираемых в небольшие упаковки, снимают упаковку и помещают пробу в емкость с герметичной крышкой.

Пробы, отбираемые из навала из больших упаковок, сохраняют в емкостях для проб. В любом случае расплавление пробы осуществляют путем выдерживания закрытой емкости для проб на водяной бане при  $(45 \pm 1)$  °C в течение времени, достаточного для того, чтобы проба перешла в жидкое состояние. Размешивают пробу путем встряхивания. Охлаждают до  $(20 \pm 2)$  °C, продолжая размешивание до полного охлаждения пробы.