

---

---

**Сыр и плавленый сыр. Определение  
содержания общего фосфора.  
Спектрометрический метод  
молекулярной абсорбции**

*Cheese and processed cheese products — Determination of total  
phosphorus content — Molecular absorption spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)

ISO 2962:2010

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fccc4/iso-2962-2010>

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



Ссылочные номера  
ISO 2962:2010(R)  
IDF 33:2010(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 2962:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fcc4/iso-2962-2010>



### 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](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)

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 2962|IDF 33 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 третье издание ISO 2962|IDF 33 отменяет и заменяет второе издание (ISO 2962:1984), 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 2962|IDF 33 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 2962|IDF 33 отменяет и заменяет IDF 33C:1987, которое было подвергнуто незначительному пересмотру.

# Сыр и плавленый сыр. Определение содержания общего фосфора. Спектрометрический метод молекулярной абсорбции

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает спектрометрический метод молекулярной абсорбции для определения содержания общего фосфора в сыре. Метод применим ко всем видам сыра и плавленого сыра.

## 2 Термины и определения

Применительно к этому документу используют следующие термины и определения.

### 2.1

**содержание общего фосфора в сыре и плавленом сыре**  
**total phosphorus content in cheese and processed cheese products**

массовая доля веществ, определенных по методу, установленному в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание общего фосфора выражается в процентах массовой доли.

## 3 Принцип

Подвергают сыр минерализации под действием концентрированной серной кислоты и пероксида водорода.

При добавлении раствора молибдата натрия в аскорбиновой кислоте образуется молибденовый голубой. Измеряют на спектрометре образовавшуюся голубую окраску на длине волны 820 нм.

ПРИМЕЧАНИЕ Можно использовать сухое озоление при условии, что методика дает сравнимые результаты с мокрой минерализацией.

## 4 Реактивы

Если не указано иначе, используют реактивы только признанного аналитического качества и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты, не содержащую соединений фосфора.

**4.1 Концентрированная серная кислота** ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),  $\rho_{20} = 1,84$  г/мл.

**4.2 Пероксид водорода**, раствор, содержащий примерно 30 г  $\text{H}_2\text{O}_2$  на 100 мл.

**4.3 Раствор молибдата в аскорбиновой кислоте.**

#### 4.3.1 Раствор молибдата натрия.

Растворяют 12,5 г дигидрата молибдата натрия ( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) в растворе серной кислоты концентрацией 5 моль/л, доводят до 500 мл этим же раствором серной кислоты и перемешивают.

#### 4.3.2 Раствор аскорбиновой кислоты.

Растворяют 10 г аскорбиновой кислоты ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ) в воде, доводят до 200 мл и перемешивают.

Этот раствор не может храниться и должен готовиться непосредственно перед использованием.

#### 4.3.3 Смешанный раствор.

Непосредственно перед использованием смешивают 25 мл раствора молибдата натрия (4.3.1) с 10 мл раствора аскорбиновой кислоты (4.3.2), доводят до 100 мл водой и перемешивают.

#### 4.4 Фосфор, стандартный раствор, соответствующий 100 мкг фосфора на миллилитр.

Сушат по меньшей мере в течение 48 ч приблизительно 1 г дигидроортофосфата калия ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) в эксикаторе над эффективным осушителем, например, концентрированной серной кислотой.

Растворяют 0,439 4 г предварительно высушенного фосфата в воде, доводят до 1 000 мл и перемешивают.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 5 Аппаратура

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Вся стеклянная посуда должна быть очищена детергентом, не содержащим фосфора, и промыта водой.

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

#### 5.1 Аналитические весы.

#### 5.2 Устройство для измельчения или истирания, которое можно легко очищать.

#### 5.3 Водяная баня.

#### 5.4 Колбы для минерализации (колбы Къельдаля или пробирки для минерализации), вместимостью 25 мл.

#### 5.5 Нагревательный прибор.

##### 5.5.1 Газовые микрорелки или электронагреватели, для нагрева колб Къельдаля.

##### 5.5.2 Нагревательный блок, для нагрева пробирок для минерализации.

#### 5.6 Стеклянные шарики.

#### 5.7 Мерные цилиндры, вместимостью 5 мл и 25 мл, ISO 4788<sup>[5]</sup> класс А.

#### 5.8 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 50 мл и 100 мл, ISO 1042<sup>[4]</sup> класс В.

#### 5.9 Пипетки, вместимостью 1 мл, 2 мл, 3 мл, 5 мл и 10 мл, ISO 648<sup>[1]</sup> класс В или ISO 835<sup>[3]</sup>.

#### 5.10 Спектрометр, пригодный для измерений на длине волны 820 нм, оснащенный кюветами с длиной оптического пути 10 мм.

## 6 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50<sup>[2]</sup>.

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

## 7 Подготовка пробы для испытания

Снимают корку, покрытый слизью или плесенью поверхностный слой сыра так, чтобы получить представительную пробу сыра в таком состоянии, в котором он обычно потребляется. Измельчают или истирают пробу с помощью соответствующего устройства (5.2). Быстро перемешивают измельченную или тертую массу и, если это возможно, измельчают или истирают во второй раз и снова тщательно перемешивают. Если проба не может быть измельчена или истерта, тщательно смешивают ее путем интенсивного перемешивания или замешивания.

Переносят пробу для испытания в воздухонепроницаемый контейнер в ожидании анализа, который следует проводить как можно скорее после измельчения или истирания. Если задержка неизбежна, принимают все меры предосторожности для надлежащего хранения пробы и предотвращения конденсации влаги на внутренней поверхности контейнера.

Очищают устройство после измельчения или истирания пробы.

## 8 Методика

### 8.1 Проба для анализа

В колбу для минерализации (5.4) взвешивают с точностью до 1 мг пробу для анализа, масса которой составляет от 0,5 г до 1,0 г пробы для испытания.

Если массовая доля влаги в сыре менее 50 %, то достаточна проба для анализа массой примерно 0,5 г. В случае свежего сыра можно отбирать пробу для анализа массой примерно 1,0 г.

### 8.2 Определение

**8.2.1** Добавляют три стеклянных шарика и 4 мл концентрированной серной кислоты (4.1) в колбу для минерализации и нагревают в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу. Колба Къельдаля должна располагаться в наклонном положении.

Регулируют высоту пламени так, чтобы ограничить образование пены в колбе. Допускают пенообразование в горле колбы, но не допускают выброса пены.

Поддерживают смесь при медленном кипении. Избегают местных перегревов и нагрева колбы выше уровня жидкости.

**8.2.2** После прекращения пенообразования охлаждают до комнатной температуры. Осторожно добавляют несколько капель раствора пероксида водорода (4.2), снова нагревают и повторяют эту процедуру до тех пор, пока содержимое не станет прозрачным и не обесцветится. Во время нагревания периодически перемешивают содержимое осторожными круговыми движениями. Избегают местных перегревов.

**8.2.3** Ополаскивают горло колбы примерно 2 мл воды и снова нагревают содержимое до полного испарения воды.

Для уничтожения следов пероксида водорода кипятят жидкость в течение 30 мин после

обесцвечивания. Избегают местных перегревов.

**8.2.4** Охлаждают до комнатной температуры. Количественно переносят содержимое в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (5.8). Доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

**8.2.5** Отбирают пипеткой (5.9) 1 мл раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 мл (5.8) и разбавляют примерно 25 мл воды. Добавляют 20 мл раствора молибдата в аскорбиновой кислоте (4.3.3). Доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

**8.2.6** Нагревают колбу в кипящей водяной бане (5.3) в течение 15 мин.

**8.2.7** Охлаждают до комнатной температуры в холодной водяной бане (5.3). В пределах 1 ч измеряют оптическую плотность раствора относительно раствора контрольного опыта (см. 8.4) на длине волны 820 нм.

### 8.3 Калибровочный график

**8.3.1** Отбирают пипеткой (5.9) 10 мл стандартного раствора фосфора (4.4) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (5.8). Доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

**8.3.2** Отбирают пипеткой в серию из пяти мерных колб с одной меткой вместимостью 50 мл (5.8) 0 мл, 1 мл, 2 мл, 3 мл и 5 мл соответственно разбавленного стандартного раствора (8.3.1), что соответствует 0 мкг, 10 мкг, 20 мкг, 30 мкг и 50 мкг фосфора соответственно. Разбавляют содержимое каждой колбы примерно до 20 мл водой.

**8.3.3** Добавляют по 20 мл раствора молибдата в аскорбиновой кислоте (4.3.3) к содержимому каждой колбы. Доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

Продолжают, как указано в 8.2.6.

**8.3.4** Охлаждают до комнатной температуры в холодной воде. В пределах 1 ч измеряют оптическую плотность каждого калибровочного раствора относительно воды в качестве раствора сравнения на длине волны 820 нм.

**8.3.5** Строят график зависимости оптической плотности этих растворов от количества добавленного фосфора.

### 8.4 Контрольный опыт

Выполняют контрольный опыт, следуя процедуре, указанной в 8.2, но без пробы для анализа.

## 9 Расчет

Рассчитывают содержание общего фосфора,  $w_P$ , выраженное в процентах по массе, по формуле:

$$w_P = \frac{m_1}{100 m_0}$$

где

$m_0$  масса пробы для анализа, в граммах;

$m_1$  масса фосфора, определенная по калибровочному графику (или рассчитанная по линии регрессии, полученной с применением метода наименьших квадратов), в микрограммах.

Записывают результат с точностью до второго десятичного знака.



## 10 Прецизионность

### 10.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными на идентичном испытуемом материале одним аналитиком при использовании одной и той же аппаратуры в пределах короткого промежутка времени, должно превышать 0,03 г фосфора на 100 г продукта в среднем не более чем один раз на 20 случаев при нормальном и правильном применении метода.

### 10.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных и независимых испытаний, полученными двумя аналитиками, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале, должно превышать 0,06 г фосфора на 100 г продукта в среднем не более чем один раз на 20 случаев при нормальном и правильном применении метода.

## 11 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 2962|IDF 33:2010);
- 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 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*
- [2] ISO 707|IDF 50, *Молоко и молочные продукты. Руководство по отбору проб*
- [3] ISO 835, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные градуированные пипетки*
- [4] ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*
- [5] ISO 4788, *Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 2962:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fccc4/iso-2962-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/197631ca-736c-4ecc-82b6-c8742c9fccc4/iso-2962-2010>