
**Молоко и молочные продукты.
Определение содержания азота.**

Часть 1.

**Принцип Кьельдаля и расчет
содержания сырого белка**

*Milk and milk products — Determination of nitrogen content —
Part 1: Kjeldahl principle and crude protein calculation*

ISO 8968-1:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e361299-fe6d-44ea-a9fe-a3b4d022ff15/iso-8968-1-2014>

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



Ссылочные номера
ISO 8968-1:2014(R)
IDF 20-1:2014(R)

© ISO и IDF 2014

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.itech.ai)

ISO 8968-1:2014

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/7e361299-fe6d-44ea-a9fe-a3b4d022ff15/iso-8968-1-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO/IDF 2014

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

Содержание

Страница

Предисловия	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	4
7 Отбор проб	5
8 Приготовление пробы для испытания	5
8.1 Цельное, частично сепарированное или сепарированное питьевое молоко	5
8.2 Твердый, полутвердый и плавленый сыр	6
8.3 Сухое молоко и сухие молочные продукты	6
9 Методики	6
9.1 Традиционный метод	6
9.2 Метод минерализации в блоке	8
9.3 Контрольный опыт	11
9.4 Испытания на улавливание	11
10 Расчет и выражение результатов	12
10.1 Расчет	12
10.2 Выражение результатов	13
11 Прецизионность	14
11.1 Межлабораторные испытания	14
11.2 Питьевое цельное и сепарированное молоко	14
11.3 Твердый, полутвердый и плавленый сыр	15
11.4 Сухое молоко и сухие молочные продукты	15
12 Протокол испытания	16
Приложение А (информативное) Проба для анализа	17
Приложение В (информативное) Межлабораторные испытания	18
Библиография	20

Предисловия

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Части 1 Директив ISO/IEC. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Части 2 Директив ISO/IEC. www.iso.org/directives

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве. www.iso.org/patents

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e361299-fe6d-44ea-a9fe-a3b4d022ff15/iso-8968-1-2014>
Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информацию о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (TBT), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): [Foreword — Supplementary information](#).

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитет SC 5, *Молоко и молочные продукты* и Международная федерация молочной промышленности (IDF). Стандарт опубликован ISO совместно с IDF.

Настоящее второе издание ISO 8968-1|IDF 20-1 отменяет и заменяет первое издание ISO 8968-1|IDF 20-1:2001, ISO 8968-2|IDF 20-2:2001, ISO 5549:1978|IDF 92:1979 и ISO/TS 17837|IDF/RM 25:2008, которые были технически пересмотрены.

Международная федерация молочной промышленности (IDF) является всемирной федерацией предприятий молочной отрасли, членство в которой представлено Национальными комитетами стран. 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 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, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

ISO 8968-1|IDF 20-1 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 объединенной проектной группой ISO/IDF по *Определению содержания азота* Постоянного комитета по *Аналитическим методам определения состава* (SCAMC) под руководством: R. Johnson (Новая Зеландия), J. Romero (США), д-р Barbano (США), д-р Orlandini (Италия) и Psathas (Кипр).

Настоящее второе издание ISO 8968-1|IDF 20-1 отменяет и заменяет первое издание ISO 8968-1|IDF 20-1:2001, ISO 8968-2|IDF 20-2:2001, ISO 5549:1978|IDF 92:1979 и ISO/TS 17837|IDF/RM 25:2008, которые были технически пересмотрены.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e361299-fe6d-44ea-a9fe-a3b4d022ff15/iso-8968-1-2014>

Молоко и молочные продукты. Определение содержания азота.

Часть 1.

Принцип Кьельдаля и расчет содержания сырого белка

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При применении настоящего международного стандарта могут использоваться опасные материалы, операции и оборудование. В данном стандарте не ставится цель описать все возможные проблемы, связанные с обеспечением безопасности при его применении. Пользователь сам несет ответственность за меры безопасности и охрану здоровья, а также определение применимости местных регулятивных ограничений перед его использованием.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания азота и расчета содержания сырого белка в молоке и молочных продуктах по принципу Кьельдаля, используя традиционный метод и метод минерализации в блоке.

Эти методы применимы к:

- питьевому коровьему (цельному, частично сепарированному или сепарированному молоку), козьему и овечьему молоку;
- твердому, полутвердому и плавленому сыру;
- сухому молоку и сухим молочным продуктам (включая молочные смеси для детского питания, концентраты молочного белка, концентраты сывороточного белка, казеины и казеинаты).

Данные методы не применимы к пробам, содержащим казеинат аммония.

ПРИМЕЧАНИЕ Могут быть получены неточные результаты при расчете содержания сырого белка в том случае, если в продуктах, установленных в настоящем международном стандарте, присутствуют источники на немолочной основе.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, частично или полностью, являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 385, *Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки*

ISO 8655-3, *Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 3. Бюретки, приводимые в действие поршнем*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание азота

nitrogen content

массовая доля азота, определенная по установленной методике

ПРИМЕЧАНИЕ 1 к статье: Содержание выражают в процентах.

3.2

содержание сырого белка

crude protein content

массовая доля сырого белка, рассчитанная по установленной методике

ПРИМЕЧАНИЕ 1 к статье: Содержание выражают в процентах.

4 Принцип

Пробу для анализа подвергают минерализации смесью концентрированной серной кислоты и сульфата калия. Используя сульфат меди (II) в качестве катализатора превращают любой присутствующий органический азот в сульфат аммония. Назначение сульфата калия состоит в повышении точки кипения серной кислоты и создании более сильной окислительной смеси для минерализации. Добавляют избыток гидроксида натрия к охлажденному минерализату для выделения аммиака. Выделяемый аммиак отгоняют с водяным паром в избыток раствора борной кислоты и титруют титрованным раствором соляной кислоты. Содержание азота рассчитывают по количеству полученного аммиака.

5 Реактивы

Если не указано иное, используют реактивы только установленной аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

ПРИМЕЧАНИЕ Растворы, указанные в данной методике, могут отличаться от растворов, требуемых для автоматических титраторов. Можно попытаться использовать эти растворы, но оператор сам несет ответственность за соблюдение инструкций изготовителя оборудования.

5.1 Сульфат калия (K_2SO_4), не содержащий азота.

5.2 Сульфат меди (II), пентагидрат, раствор, $c(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = 5,0$ г/100 мл.

Растворяют 5,0 г пентагидрата сульфата меди (II) в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 100 мл. Разбавляют до метки водой и перемешивают.

5.3 Серная кислота (H_2SO_4), массовой долей от 95 % до 98 %, не содержащая азота (приблизительно $\rho_{20} = 1,84$ г/мл).

5.4 Гидроксид натрия ($NaOH$), раствор, не содержащий азота, концентрацией 50 г гидроксида натрия на 100 г.

В случае автоматических систем перегонки могут использоваться другие массовые доли раствора гидроксида натрия при условии, что избыток гидроксида натрия распределяется в смеси для перегонки; например, раствор гидроксида натрия с массовой долей 40 % может использоваться вместо раствора гидроксида натрия с массовой долей 50 % там, где возникают проблемы, связанные с закупоркой автоматической проточной системы. Следует учитывать общий объем такого раствора гидроксида натрия, чтобы поддерживать соответствующие объемы перегонки.

5.5 Раствор индикатора

Растворяют 0,1 г метилового красного в 95 %-ном (объемная доля) растворе этанола в мерной колбе с одной меткой вместимостью 50 мл (6.16). Разбавляют до объема 50 мл этанолом и перемешивают. Растворяют 0,5 г бромкрезолового зеленого в 95 %-ном (объемная доля) растворе этанола в мерной колбе с одной меткой вместимостью 250 мл (6.16). Разбавляют до объема 250 мл этанолом и перемешивают. Смешивают одну часть раствора метилового красного с пятью частями раствора бромкрезолового зеленого или объединяют и смешивают полностью оба раствора индикаторов.

5.6 Борная кислота, раствор, $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40,0 \text{ г/л}$.

Растворяют 40,0 г борной кислоты (H_3BO_3) в 1 л горячей воды в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1 000 мл (6.16). Оставляют колбу с содержимым для охлаждения до температуры 20 °С. Доводят до метки водой, добавляют 3 мл раствора индикатора (5.5) и перемешивают. Хранят раствор, который должен иметь светло-оранжевую окраску, в склянке из боросиликатного стекла. При хранении защищают раствор от света и источников паров аммиака.

В случае автоматических систем перегонки могут использоваться другие концентрации борной кислоты после соответствующего обосновывания.

В случае использования электронного рН-метрического титрования с индикацией точки эквивалентности можно опустить добавление раствора индикатора к раствору борной кислоты. С другой стороны изменение окраски также можно использовать для проверки соответствующих процедур титрования.

5.7 Соляная кислота, титрованный раствор, $c(\text{HCl}) = (0,1 \pm 0,000 5) \text{ моль/л}$.

Рекомендуется закупать реактив, титр которого был предварительно установлен изготовителем и который соответствует или превышает требования настоящих технических условий. Часто систематические ошибки (которые можно избежать), вносимые аналитиком при разбавлении концентрированного исходного раствора кислоты, а затем при определении ее молярности, являются причиной плохой воспроизводимости метода, рассматриваемого в этой части. Аналитик не должен использовать раствор для титрования с концентрацией выше 0,1 моль/л, так как это будет уменьшать общий титруемый объем на пробу и увеличивать неопределенность, выраженную в процентах, при считывании значения по шкале бюретки. Все это будет негативно влиять на показатели повторяемости и воспроизводимости данного метода.

Если вместо соляной кислоты используется серная кислота, то концентрация раствора серной кислоты должна составлять $0,05 \pm 0,000 3 \text{ моль/л}$.

5.8 Сульфат аммония $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, с минимальным содержанием 99,9 % (массовая доля) на сухое вещество.

Непосредственно перед использованием сушат сульфат аммония при температуре $102 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ не менее 2 ч. Охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе.

5.9 Триптофан ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$) или лизин гидрохлорид ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2$), с минимальным содержанием 99 % (массовая доля).

Не сушат эти реактивы в сушильном шкафу перед использованием.

5.10 Сахароза, с массовой долей азота не более 0,002 %.

Не сушат сахарозу в сушильном шкафу перед использованием.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Водяная баня, способная поддерживать температуру воды от 38 °C до 40 °C.

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

6.3 Бюретка или автоматическая пипетка, способная подавать раствор сульфата меди (5.2) порциями по 1,0 мл.

6.4 Градуированные мерные цилиндры, вместимостью 25 мл, 50 мл, 100 мл и 500 мл.

6.5 Конические колбы, вместимостью 500 мл.

6.6 Автоматическая бюретка, пригодной вместимости, например, 20 мл, с разрешающей способностью по меньшей мере 0,004 мл, соответствующая требованиям ISO 8655-3. Альтернативно, для анализа молока может использоваться бюретка вместимостью 50 мл с градуировкой через каждые 0,1 мл, соответствующая требованиям ISO 385, класс А.

ПРИМЕЧАНИЕ Для всех других продуктов ручная бюретка не дает разрешения, достаточного для достижения требуемого количества значащих цифр.

6.7 Устройство для растирания

6.8 Колбы для минерализации (Кьельдаля), вместимостью 500 мл или 800 мл. Эти колбы соответствуют используемой системе минерализации и требованиям изготовителя прибора для минерализации (6.10 или 6.11).

6.9 Материал, способствующий равномерному кипению, например, твердые кусочки фарфора или гранулы амфотерного алунда высокой чистоты, гладкие, с размером ячеек сита 10. Не используют повторно материал, способствующий равномерному кипению.

ПРИМЕЧАНИЕ Кроме того, могут использоваться стеклянные шарики диаметром приблизительно 5 мм, но они не могут поддерживать такое же эффективное кипение, как гранулы алунда, а также при минерализации с использованием стеклянных шариков можно чаще столкнуться с проблемой пенообразования.

6.10 Аппарат для минерализации, удерживающий колбы Кьельдаля (6.8) в наклонном положении (приблизительно 45°) и снабженный электронагревателями или газовыми горелками, которые не нагревают колбы выше уровня их содержимого, и системой отвода дыма.

Источник тепла должен регулироваться для контроля максимального установочного значения нагревателя, используемого при минерализации. Для оценки подвергают источник тепла предварительному нагреву при установочном значении нагревателя. В случае газового нагревателя период предварительного нагрева должен быть 10 мин, а для электронагревателя он должен составлять 30 мин. Для каждого из нагревателей определяют установочное значение нагревателя, которое доводит 250 мл воды, включая 5 – 10 кусочков материала, способствующего равномерному кипению, от начальной температуры 25 °C до ее точки кипения за 5 – 6 мин. Это значение является максимальным установочным значением нагревателя, используемым при минерализации.

6.11 Прибор для отгонки (традиционный метод), изготовленный из боросиликатного стекла или другого подходящего материала, в котором может быть установлена колба для минерализации (6.8) с эффективным брызгоотделителем, соединенным с холодильником с прямой внутренней трубкой и отводящей трубкой, прикрепленной к его нижнему концу. Соединительные трубки и пробка(и) должны быть плотно пригнаны и, предпочтительно, изготовлены из полихлоропрена.

ПРИМЕЧАНИЕ Прибор для отгонки, упомянутый выше, может быть заменен прибором конфигурации Parnas-Wagner¹⁾ или другим подходящим оборудованием.

6.12 Блок для минерализации (метод минерализации в блоке), блок из алюминиевого сплава или эквивалентный блок, снабженный терморегулятором и устройством для измерения температуры блока.

6.13 Пробирки для минерализации (метод минерализации в блоке), вместимостью 250 мл, пригодные для использования в блоке для минерализации (6.12).

6.14 Вытяжной коллектор (метод минерализации в блоке), пригодный для использования с пробирками для минерализации (6.13).

6.15 Центробежный скруббер или водоструйный насос или аспиратор (метод минерализации в блоке), изготовленный из кислотоупорного материала, для использования с водопроводной сетью.

6.16 Мерные колбы, с одной меткой вместимостью 50 мл, 250 мл и 1 000 мл.

6.17 Установка для отгонки (метод минерализации в блоке), пригодная для перегонки с водяным паром, ручная или полуавтоматическая, пригодная для установки пробирок для минерализации вместимостью 250 мл (6.13) и конических колб вместимостью 500 мл (6.5).

6.18 Автоматический титратор, снабженный pH-метром.

pH-метр должен быть надлежащим образом откалиброван в диапазоне от pH 4 до pH 7 в соответствии со стандартными лабораторными процедурами pH-калибровки. Бюретка автоматического титратора должна соответствовать требованиям 6.6.

6.19 Шпатель или подходящее устройство.

6.20 Фильтровальная бумага, не содержащая азота, размеры и пористость которой подходит для удерживания пробы для анализа сыра.

6.21 Освещенная плита магнитной мешалки.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, рассматриваемого в данном международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в стандарте ISO 707|IDF 50.

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

8 Приготовление пробы для испытания

8.1 Цельное, частично сепарированное или сепарированное питьевое молоко

Помещают пробу для испытания на водяную баню (6.1), отрегулированную на температуру от 38 °C до 40 °C. Осторожно перемешивают путем переворачивания, не вызывая пенообразования или сбивания сливок. Один раз основательно перемешивают пробу, охлаждают до комнатной температуры.

Продолжают, как указано в 9.1 или 9.2.

¹⁾ Прибор Parnas-Wagner — это пример имеющейся в продаже подходящей конфигурации стеклянной посуды, используемой для перегонки по Кьельдалю. Информация дается для удобства пользователей данного документа и не свидетельствует о поддержке этого продукта со стороны ISO или IDF.