

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 6732—
2018

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

**Определение содержания железа спектрометрическим
методом (контрольный метод)**

(ISO 6732:2010, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 14307
30 августа 2018 г.



Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Союзное государство Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 30 августа 2018 г. №111-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004—97	Код страны по МК (ISO 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6732:2010 «Молоко и молочные продукты. Определение содержания железа. Спектрометрический метод (контрольный метод)» («Milk and milk products — Determination of iron content — Spectrometric method (Reference method)», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной молочной федерации (IDF) в сотрудничестве с Ассоциацией аналитических сообществ (AOAC International)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ

**Определение содержания железа спектрометрическим методом
(контрольный метод)**

Milk and milk products

Determination of iron content. Spectrometric method (Reference method)

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический контрольный метод определения содержания железа в молоке и молочной продукции.

Метод распространяется на:

- молоко, обезжиренное молоко, сыворотку и пахту;
- йогурт 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;
- обезвоженный молочный жир, спред сливочно-растительный, молочный жир и топленое масло;
- мороженое;
- сыр разных возрастов и плавленый сыр;
- казеины, казеинаты и копреципитаты.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 содержание железа в молоке и молочной продукции (iron content in milk and milk products):

Массовая доля вещества, определенного в соответствии с методикой, установленной в настоящем стандарте.

При мечани е — Содержание железа выражают в миллиграммах на килограмм.

3 Сущность метода

Органическое вещество выпаривают в смеси азотной и серной кислоты, предварительно удалив жир из сливок и обезвоженного молочного жира, спреда сливочно-растительного, молочного жира и топленого масла. В масле выпаривают молочную плазму и отделяют. Ионы железа (II), получаемые путем восстановления ионов железа (III), образуют комплексное соединение с батоферандролином. Полученное соединение железа (II) экстрагируют изоамиловым спиртом. Проводят спектрометрическое измерение оптической плотности экстракта, окрашенного в красный цвет при длине волн 533 нм.

4 Реактивы

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 идентифицировать свои источники загрязнения.

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

4.1 Вода, соответствующая 2-й степени чистоты, как установлено в ISO 3696 [5].

ГОСТ ISO 6732—2018

4.2 **Этанол** (C_2H_5OH), приблизительно 96%-ной объемной доли.

При необходимости перегоняют в перегонной установке, не содержащей железа.

4.3 **Диэтиловый эфир** ($C_2H_5OC_2H_5$).

При необходимости перегоняют в перегонной установке, не содержащей железа.

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

При необходимости перегоняют в перегонной установке, не содержащей железа.

4.5 **Азотная кислота** (HNO_3), концентрированная, $p_{20} = 1,42$ г/мл.

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

4.6 **Серная кислота**¹⁾ (H_2SO_4), концентрированная, $p_{20} = 1,84$ г/мл.

4.7 **Сульфат калия**¹⁾, раствор в серной кислоте.

Растворяют 25 г безводного сульфата калия (K_2SO_4) в серной кислоте (см. 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 до 100 мкм).

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

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

4.8 **Перекись водорода**¹⁾ (H_2O_2), раствор, $p_{20} = 1,099\text{--}1,103$ г/мл.

Хранят в холодильнике.

4.9 **Ацетат натрия**¹⁾, насыщенный раствор.

Растворяют 232,5 г безводного ацетата натрия (CH_3COONa) в 500 мл воды (см. 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 (см. 4.10). Экстрагируют раствор 10 мл раствора батофенантролина (см. 4.12). Верхний слой сливают. Повторяют эти две операции, пока верхний слой не останется бесцветным.

4.10 **Хлорид гидроксиламмония**, раствор.

Растворяют 20 г хлорида гидроксиламмония ($HONH_3Cl$) в воде (см. 4.1) и доводят до 100 мл. Фильтруют через фильтровальную бумагу. Экстрагируют раствор 5 мл раствора батофенантролина (см. 4.12). Выдерживают до нужного разделения слоев. Сливают верхний слой. Повторяют эти две операции, пока верхний слой не останется бесцветным.

П р и м е ч а н и е — 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 раствора аскорбиновой кислоты.

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

При необходимости перегоняют на перегонной установке, не содержащей железа.

4.12 **Батофенантролин**, раствор.

Растворяют 83,1 мг батофенантролина [4,7-дифенил-1,10-фенантролин ($C_{24}H_{16}N_2$)] в 100 мл изоамилового спирта (см. 4.11).

4.13 **Перманганат калия**, раствор.

Растворяют 100 мг перманганата калия ($KMnO_4$) в 50 мл воды (см. 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 [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] в 250 мл воды (см. 4.1). Добавляют 8 мл серной кислоты (см. 4.6) и охлаждают до комнатной температуры. Доводят водой до 1 000 мл.

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.