



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO/TS 6733—
2015

МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

Определение содержания свинца Спектрометрический метод атомной абсорбции с применением графитовой печи

НИФСыТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

(ISO/TS 6733:2006, IDT)
(IDF/RM 133:2004, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 10824

27 февраля 2015 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 Содружество 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)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 27 февраля 2015 г. № 75-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 6733:2006 | IDF/RM 133:2006 Milk and milk products — Determination of lead content — Graphite furnace atomic absorption spectrometric method (Молоко и молочные продукты. Определение содержания свинца. Спектрометрический метод атомной абсорбции с применением графитовой печи).

Международный документ разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) и Международной молочной федерацией (IDF).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного документа, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

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 МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ
Определение содержания свинца
Спектрометрический метод атомной абсорбции с применением графитовой печиMilk and milk products
Determination of lead content
Graphite furnace atomic absorption spectrometric method

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения общего свинца в молоке и молочных продуктах.

Предел обнаружения метода, определенный как трехкратное среднеквадратическое отклонение при контрольном определении, равен 0,001 мг/кг для жидких продуктов и 0,01 мг/кг для твердых продуктов при использовании сухого озоления. При использовании мокрой минерализации под давлением эти значения такие же, как для рабочих частей проб, содержащих 0,2 г сухого вещества. При микроволновой минерализации используют рабочие части проб большей массы, и пределы обнаружения будут, соответственно, ниже.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты.

ISO 648:2008 Laboratory glassware — Single-volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

ISO 1042:1998 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 6732:1985¹⁾ Milk and milk products — Determination of iron content — Spectrometric method (Reference method) (Молоко и молочные продукты. Определение содержания железа. Спектрометрический метод (контрольный метод))

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 содержание свинца (lead content): Массовая доля вещества, определенная по методике, установленной в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание свинца выражается в миллиграммах на килограмм пробы.

4 Сущность метода

Рабочую часть пробы подвергают минерализации способом программируемого сухого озоления с использованием серной кислоты. Допускается применение способа мокрой минерализации под давлением в тefлоновом или кварцевом сосуде с использованием азотной кислоты или применение микроволновой мокрой минерализации. Зола растворяют в разбавленной азотной кислоте или выпаривают мокрый минерализат досуха и растворяют остаток в разбавленной азотной кислоте. Измеряют атомную абсорбцию определяемого элемента в полученном растворе минерализата при длине волны 283,3 нм в атомно-абсорбционном спектрометре, оснащенный графитовой печью с зеэмановской или дейтериевой коррекцией фона.

Количественное содержание элемента рассчитывают по предварительно установленной градуировочной зависимости или на основании метода стандартных добавок.

¹⁾ Аналог IDF 103A.

5 Реактивы

В ходе анализа используют реактивы только признанной аналитической чистоты.

5.1 **Вода**, бидистиллированная или аналогичной чистоты, соответствующая требованиям ISO 3696, класс 2.

5.2 **Концентрированная азотная кислота (HNO₃)**, $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл для очистки.

5.3 **Концентрированная азотная кислота (HNO₃)**, $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл, Merck "Suprapur"²⁾ или эквивалентная.

5.4 **Концентрированная серная кислота (H₂SO₄)**, $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ г/мл, Merck "Suprapur"²⁾ или эквивалентная.

5.5 **Раствор серной кислоты, 20 %** (массовая/объемная доля).

Разбавляют 130 мл концентрированной серной кислоты (5.4), доводят водой до 1 000 мл.

5.6 **Матричные модификаторы.**

5.6.1 Растворяют 2,0 г дигидрофосфат аммония (NH₄H₂PO₄) (Baker "Ultrex")²⁾ и 0,17 г нитрата магния [Mg(NO₃)₂·6H₂O] (Merck "Suprapur") в воде. Доводят объем до 100 мл. Пригодные растворы имеются также в продаже [например, Perkin-Elmer No. B019-0634²⁾ (1%-ный раствор Mg) и No. N930-3445 (10%-ный раствор NH₄H₂PO₄)].

5.6.2 Смешивают 200 мкл раствора, содержащего 1 % Pd (в виде нитрата, например Perkin-Elmer No. B019-0635)²⁾ и 20 мкл раствора, содержащего 1 % Mg (в виде нитрата, например Perkin-Elmer No. B019-0634)²⁾ с 1,67 мл воды и 2 каплями азотной кислоты (5.3).

5.7 **Концентрированный стандартный раствор свинца**, $c(\text{Pb}) = 100$ мг/л.

Растворяют 159,9 мг нитрата свинца [Pb(NO₃)₂] в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл (6.4). Добавляют 10 мл концентрированной азотной кислоты (5.3). Доводят до метки водой и перемешивают.

Хранят раствор в бутылке из боросиликатного стекла с притертой стеклянной пробкой.

Примечание — В качестве альтернативы может использоваться имеющийся в продаже стандартный раствор, например Merck Titrisol 9969²⁾.

5.8 **Стандартный раствор свинца**, $c(\text{Pb}) = 1$ мг/л.

Отбирают пипеткой 1,0 мл концентрированного стандартного раствора свинца (5.7) в мерную колбу вместимостью 100 мл (6.4). Добавляют 1 мл концентрированной азотной кислоты (5.3). Разбавляют до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой колбе (6.6) с навинчивающимся колпачком.

5.9 **Рабочие стандартные растворы свинца.**

Отбирают пипеткой 0, 0,50, 1,0, 2,0 и 3,0 мл соответственно стандартного раствора свинца (5.8) в мерные колбы с одной меткой вместимостью 100 мл (6.4). Добавляют 1 мл азотной кислоты (5.3). Доводят до метки водой и перемешивают. Готовят рабочие стандартные растворы свинца каждую неделю.

Примечание — Эти рабочие стандартные растворы свинца имеют концентрации 0,0, 5,0, 10,0, 20,0 и 30,0 мкг/л свинца соответственно.

Хранят рабочие стандартные растворы свинца не более одной недели в полиэтиленовых колбах (6.6) с навинчивающимися колпачками.

5.10 **Азот или аргон** высшей степени очистки.

6 Оборудование

Для проведения измерений используют стандартное лабораторное оборудование.

6.1 **Тигли и стеклянная лабораторная посуда**, очищенная следующим образом.

Промывают и ополаскивают водопроводной водой, затем ополаскивают дистиллированной водой. Замачивают в 10%-ном (массовая доля) растворе концентрированной азотной кислоты (5.2) в течение не менее 12 ч. Перед использованием трижды ополаскивают бидистиллированной водой. Дают возможность высохнуть и хранят очищенные таким образом тигли и стеклянную лабораторную посуду в условиях, препятствующих попаданию пыли.

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

²⁾ Baker "Ultrex", Merck "Suprapur" и растворы Titrisol и Perkin-Elmer — это примеры продуктов, имеющих в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанных продуктов со стороны ISO или IDF.