ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 52993— 2008 (ИСО 5550:2006)**

# КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

## Определение содержания влаги (Контрольный метод)

**ISO 5550:2006**
**Caseins and caseinates — Determination of moisture content (Reference method) (MOD)**

**Издание официальное**

БЗ 8—2008/215

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. №184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе аутентичного перевода международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 ноября 2008 г. № 286-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 5550:2006 «Казеины и казеинаты. Определение содержания влаги (Контрольный метод)» (ISO 5550:2006 «Caseins and caseinates — Determination of moisture content (Reference method)»).

При этом дополнительные слова, фразы, абзацы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартинформ, 2008

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область *применения* . . . 1
2 *Нормативные ссылки* . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 *Лабораторное оборудование* . . . 2
6 Отбор проб . . . 2
7 Подготовка пробы для испытания . . . 2
8 Методика *испытания* . . . 2
9 Расчет и выражение результатов . . . 3
10 Прецизионность . . . 3
11 Протокол испытания . . . 4
Приложение А (справочное) Межлабораторное испытание . . . 5
Приложение *В* (*справочное*) Влияние размера зерен казеина на данные по прецизионности . . . 7
Библиография . . . 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# КАЗЕИНЫ И КАЗЕИНАТЫ

## Определение содержания влаги (Контрольный метод)

Caseins and caseinates.
Determination of moisture content (Reference method)

Дата введения — 2010—01—01

## 1 Область *применения*

Настоящий стандарт устанавливает контрольный метод определения содержания влаги во всех типах казеинов и казеинатов.

## *2 Нормативные ссылки*

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

*ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения*

*ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*

*ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу*

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание влаги:** Потеря массы, определенная по методике, установленной настоящим стандартом.

Примечание — Содержание влаги выражается в виде массовой доли в процентах.

## 4 Сущность метода

Метод основан на высушивании пробы для анализа при температуре (102 ± 2) °С, взвешивании и определении потери массы.

Издание официальное

## 5 *Лабораторное оборудование*

5.1 Аналитические весы с точностью взвешивания до 1 мг при считывании показаний до 0,1 мг.

5.2 Сушильный шкаф с хорошей вентиляцией, способный поддерживать температуру (102 ± 2) °С во всем рабочем пространстве.

5.3 Плоскодонная чашка, изготовленная из материала, не поддающегося коррозии в условиях испытания (например, стеклянная чашка с притертой стеклянной крышкой или чашка из алюминия или нержавеющей стали), диаметром не менее 65 мм (предпочтительно 75 мм), глубиной не менее 25 мм, с плотно посаженной легкоснимающейся крышкой.

5.4 Эксикатор, содержащий эффективный осушитель (например, свежевысушенный силикагель), с индикатором влажности.

5.5 Измельчающее устройство для измельчения лабораторной пробы (*см.* 7.4) без чрезмерного нагрева и потери или поглощения влаги.

Не допускается использовать молотковую мельницу.

5.6 Лабораторное сито с приемником из проволочной сетки диаметром 200 мм и номинальным размером ячейки 500 мкм.

## 6 Отбор проб

Представительную пробу направляют в лабораторию. Проба не должна подвергаться изменению в *процессе* транспортирования или хранения.

*Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 26809 и [1].*

Пробы хранят так, чтобы предотвратить их порчу или изменение состава.

## 7 Подготовка пробы для испытания

7.1 Пробу тщательно перемешивают многократно встряхивая и переворачивая контейнер (при необходимости, после переноса всей пробы в воздухонепроницаемый контейнер достаточной вместимости).

7.2 Приблизительно 50 г тщательно перемешанной пробы *помещают* на лабораторное сито (*см.* 5.6).

7.3 Если 50 г пробы для испытания полностью или почти полностью просеивается через сито, то используют пробу, подготовленную в соответствии с 7.1.

В противном случае, измельчают 50 г пробы на измельчающем устройстве до тех пор, пока она не пройдет через сито. Сразу же переносят всю просеянную пробу в воздухонепроницаемый контейнер достаточной вместимости и тщательно перемешивают, многократно встряхивая и переворачивая контейнер.

Во время выполнения этих операций принимают меры предосторожности для предотвращения любого изменения содержания влаги в продукте.

7.4 После подготовки пробы как можно скорее выполняют *испытание*.

## 8 Методика *испытания*

### 8.1 Подготовка чашки

8.1.1 Нагревают открытую чашку и отдельно крышку (*см.* 5.3) в сушильном шкафу (*см.* 5.2) *не менее 1 ч* при температуре 102 °С.

8.1.2 Закрывают чашку крышкой и переносят в эксикатор (*см.* 5.4). Дают возможность закрытой чашке охлаждаться до комнатной температуры. Затем взвешивают ее с точностью до 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг.

### 8.2 Проба для анализа

#### 8.2.1 Казеины

Приблизительно 5 г подготовленной пробы для испытания (*см.* 7.4) переносят в чашку, закрывают ее крышкой и взвешивают с точностью до 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг.

**8.2.2 Казеинаты**

Переносят приблизительно 2 г подготовленной пробы для испытания (*см. 7.5*) в чашку, закрывают ее крышкой и взвешивают с точностью до 1 мг, с точностью до 0,1 мг.

**8.3 Определение**

8.3.1 Открывают чашку (*см.* 8.2.1 или 8.2.2), *нагревают ее* и отдельно крышку в сушильном шкафу (*см.* 5.2) *не менее* 3 ч при температуре 102 °С.

8.3.2 Закрывают чашку крышкой и переносят ее в эксикатор (*см.* 5.4). Дают возможность закрытой чашке охладиться до комнатной температуры. Затем взвешивают с точностью до 1 мг, с отсчетом массы до 0,1 мг.

8.3.3 Открывают чашку и снова нагревают ее и отдельно крышку в сушильном шкафу (*см.* 5.2) *не менее* 3 ч при температуре 102 °С. Снова повторяют этап 8.3.2.

8.3.4 Повторяют процедуру нагревания и взвешивания (*см.* 8.3.1—8.3.3) до тех пор, пока масса чашки с крышкой между двумя последовательными взвешиваниями не уменьшится на 1 мг или менее или не увеличится. Для расчета принимают наименьшую зарегистрированную массу.

Примечание — Общее время высушивания *не должно* превышать 6 ч.

## 9 Расчет и выражение результатов

**9.1 Расчет**

Содержание влаги в пробе *W*, %, рассчитывают *по формуле*

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} 100, \qquad (1)$$

где $m_1$ — масса чашки, крышки и пробы для анализа до высушивания (*см.* 8.2.1, 8.2.2), *г*;

$m_2$ — масса чашки, крышки и пробы для анализа после высушивания (*см.* 8.3.4), *г*;

$m_0$ — масса чашки с крышкой (*см.* 8.1.2), *г*.

**9.2 Выражение результатов**

Записывают результаты с точностью до двух десятичных знаков.

## 10 Прецизионность

Прецизионность метода и результатов измерений рассчитывают по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2.

**10.1 Межлабораторные испытания**

Подробности межлабораторных испытаний по определению метода *представлены в* приложении А и были опубликованы для казеинатов [2]. Значения, полученные на основании этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

Значения повторяемости и воспроизводимости зависят от размера зерен казеина (см. приложение В).

**10.2 Повторяемость**

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, не более чем в 5 % случаев *не должно* превышать:

- для казеинов 0,34 %;
- для казеинатов 0,32 %.

10.3 Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не более чем в 5 % случаев *не должно* превышать:

- для казеинов 0,53 %;
- для казеинатов 0,41 %.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать в себя:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания со ссылкой *на настоящий стандарт*;
- все подробности, не указанные в *настоящем* стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный(е) результат(ы) и, в случае повторяемости, конечный результат.

**Приложение А**
**(справочное)**

## Межлабораторное испытание

### А.1 Казеины

Международное совместное испытание в десяти лабораториях из восьми стран было проведено на восьми типах казеинов: пять типов сычужных и три типа кислотных казеинов. Испытание было организовано Агентством по безопасности и надежности пищевых продуктов Франции. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [3] и [4] и в итоге были получены данные по прецизионности, представленные в таблице А.1.

Таблица А.1

| Наименование показателя | Пробы для испытания* | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E | F | G | H | Среднее значение |
| Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов | 10 | 9 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | — |
| Среднее значение, % | 9,97 | 6,82 | 8,14 | 8,92 | 8,50 | 8,42 | 7,85 | 6,78 | — |
| Среднеквадратическое отклонение повторяемости $s_r$, % | 0,173 | 0,017 | 0,131 | 0,185 | 0,129 | 0,155 | 0,102 | 0,072 | 0,12 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 1,737 | 0,247 | 1,613 | 2,073 | 1,512 | 1,847 | 1,297 | 1,055 | 1,42 |
| Предел повторяемости $r$, % | 0,490 | 0,018 | 0,372 | 0,523 | 0,364 | 0,440 | 0,288 | 0,202 | 0,34 |
| Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $s_R$, % | 0,296 | 0,123 | 0,163 | 0,232 | 0,127 | 0,205 | 0,198 | 0,150 | 0,19 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 2,968 | 1,802 | 2,008 | 2,597 | 1,494 | 2,442 | 2,527 | 2,210 | 2,26 |
| Предел воспроизводимости $R$, % | 0,837 | 0,346 | 0,463 | 0,855 | 0,360 | 0,582 | 0,562 | 0,424 | 0,53 |

* Пробы: A — сычужный казеин; B — кислотный казеин; C — сычужный казеин; D — кислотный казеин; E — сычужный казеин; F — кислотный казеин; G — сычужный казеин; H — сычужный казеин.

### А.2 Казеинаты

Межлабораторное совместное испытание, организованное Научно-исследовательским институтом молочного животноводства Швейцарии, было проведено на сдвоенных с пробой для контрольного опыта пробах от каждой из шести проб казеинатов. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу и в итоге были получены данные по прецизионности, предоставленные в таблице А.2. Результаты испытаний казеинатов были опубликованы в [2].

Таблица А.2

| Наименование показателя | Пробы для испытания (относительно идентификации пробы см. таблицу А.1) | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E | F | Среднее значение |
| Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов | 12 | 12 | 12 | 12 | 13 | 12 | — |
| Среднее значение, % | 5,54 | 6,38 | 6,38 | 6,98 | 5,39 | 8,39 | — |
| Среднеквадратическое отклонение повторяемости $s_r$, % | 0,16 | 0,09 | 0,09 | 0,15 | 0,09 | 0,10 | 0,11 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 2,84 | 1,48 | 1,46 | 2,07 | 1,63 | 1,17 | 1,81 |
| Предел повторяемости $r$, % | 0,44 | 0,26 | 0,26 | 0,41 | 0,25 | 0,27 | 0,32 |
| Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $s_R$, % | 0,21 | 0,12 | 0,14 | 0,16 | 0,11 | 0,14 | 0,15 |
| Коэффициент вариации воспроизводимости, % | 3,75 | 1,89 | 2,14 | 2,29 | 2,11 | 1,63 | 2,31 |
| Предел воспроизводимости $R$, % | 0,58 | 0,34 | 0,38 | 0,45 | 0,32 | 0,38 | 0,41 |

**Приложение *В***
***(справочное)***

## Влияние размера зерен казеина на данные по прецизионности

### *В.1 Влияние размера зерен на данные по прецизионности*

Таблица В.1

| Наименование показателя | Пробы* | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | E | F | G | H |
| Исходная масса, г | 100,30 | 100,22 | 100,29 | 100,00 | 100,23 | 100,24 | 93,97 | 100,22 |
| Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 500 мкм, г | 0,38 | 0,88 | 1,09 | 0,32 | 0,82 | 0,21 | 0,93 | 1,15 |
| (в виде массовой доли исходной массы, %) | (0,4) | (0,9) | (1,1) | (0,3) | (0,8) | (0,2) | (1,0) | (1,1) |
| Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 315 мкм, г | 0,78 | 39,79 | 40,11 | 1,44 | 37,47 | 0,11 | 41,40 | 51,75 |
| (в виде массовой доли исходной массы, %) | (0,8) | (39,7) | (10,0) | (1,1) | (37,4) | (0,1) | (44,1) | (51,8) |
| Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 250 мкм, г | 21,82 | 21,50 | 26,18 | 25,60 | 16,87 | 5,15 | 21,18 | 19,42 |
| (в виде массовой доли исходной массы, %) | (21,9) | (21,5) | (26,1) | (25,8) | (16,8) | (5,1) | (22,6) | (19,4) |
| Масса, удерживаемая на сите с размером ячейки 160 мкм, г | 31,91 | 24,70 | 21,82 | 33,52 | 25,06 | 71,24 | 19,59 | 17,95 |
| (в виде массовой доли исходной массы, %) | (31,8) | (24,7) | (21,9) | (33,6) | (25,0) | (71,1) | (20,9) | (17,9) |
| Масса, проходящая через сито с размером ячейки 160 мкм, г | 45,03 | 12,98 | 10,83 | 38,88 | 19,75 | 23,31 | 10,34 | 9,6 |
| (в виде массовой доли исходной массы, %) | (44,9) | (13,0) | (10,0) | (38,9) | (19,7) | (23,3) | (11,0) | (9,6) |
| Предел повторяемости *r* | 0,490 | 0,048 | 0,372 | 0,523 | 0,354 | 0,440 | 0,288 | 0,202 |
| Предел воспроизводимости *R* | 0,837 | 0,348 | 0,453 | 0,555 | 0,350 | 0,582 | 0,562 | 0,424 |

* Пробы: A — сычужный казеин; B — кислотный казеин; C — сычужный казеин; D — кислотный казеин; E — сычужный казеин; F — кислотный казеин; G — сычужный казеин; H — сычужный казеин.

Примечание — Отмечают, что полученные значения повторяемости и воспроизводимости обратно пропорциональны диаметру зерен казеина.

## Библиография


[1] ИСО 707:1997 Молоко и молочные продукты. Руководящие указания по отбору проб

[2] Bulletin of the International Dairy Federation, No. 285, 1993, p. 30

[3] ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

[4] ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения



УДК 637.544:006.354 ОКС 67.100 Н09

Ключевые слова: казеины, казеинаты, содержание влаги, контрольный метод, межлабораторные испытания

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.12.2008. Подписано в печать 12.12.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 253 экз. Зак. 1357.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.


gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru


Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.


gost.e-ecolog.ru